

Східноєвропейський національний університет імені Лесі
Українки
Факультет хімії, екології та фармації
Кафедра хімії та технологій

ТЕХНІКА ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ

Методичні вказівки до лабораторних занять

Луцьк – 2019

*Рекомендовано до друку науково-методичною радою
Східноєвропейського національного університету імені Лесі Українки
(протокол № 2 від 16.10. 2019 р.)*

Рецензенти:

Карайм О. А., кандидат економічних наук, доцент кафедри екології та охорони навколишнього середовища Східноєвропейського національного університету імені Лесі Українки.

Шемет В. Я., кандидат хімічних наук, доцент кафедри матеріалознавства Луцького національного технічного університету.

О. М. Строк, І. І. Петрусь

Т 38 Техніка хімічного експерименту: Методичні вказівки до лабораторних робіт для студ. спеціальності – 102 Хімія, освітньої програми «Хімія». / Укладачі: Оксана Мар'янівна Строк, Ірина Іванівна Петрусь. – Луцьк: П “Зоря–плюс” ВОО ВОІ СОІУ, 2019. – 49 с.

Навчально–методичне видання містить план лабораторного практикуму, загальні правила поведінки та техніки безпеки при роботі в хімічній лабораторії, методичні розробки лабораторних робіт, список рекомендованої літератури, додатки. До кожної теми подано теоретичні відомості. Для самоконтролю при підготовці до лабораторних занять подаються окремі теоретичні питання.

Для студентів I курсу спеціальності – 102 Хімія, освітньої програми «Хімія»; викладачів та лаборантів, які проводять лабораторні заняття.

ЗМІСТ

ПОЯСНЮВАЛЬНА ЗАПИСКА	4
<i>Тема 1. Хімічний посуд</i>	5
Лабораторна робота № 1. Робота з лабораторним посудом	5
Лабораторна робота № 2. Робота з мірним посудом	7
<i>Тема 2. Розчини</i>	14
Лабораторна робота № 3. Приготування розчинів різної концентрації	14
Лабораторна робота № 4. Визначення густини та концентрації розчинів	20
Лабораторна робота № 5. Приготування індикаторів, іменних розчинів, буферних сумішей, розчинів з фіксаналів	25
<i>Тема 3. Очищення та розділення речовин</i>	29
Лабораторна робота № 6–7. Методи очищення та розділення неорганічних речовин	29
СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ	36
ДОДАТКИ	37
1. Загальні правила роботи в хімічній лабораторії. Техніка безпеки	37
2. Надання першої (долікарської) медичної допомоги	47

ПОЯСНЮВАЛЬНА ЗАПИСКА

Виконання будь-якого хімічного експерименту потребує навичок роботи з лабораторним обладнанням та володіння технікою експерименту. Це є особливо актуальним у зв'язку із зростаючим відривом шкільної підготовленості студентів з хімії від реальних вимог вищих навчальних закладів.

Дисципліна "Техніка хімічного експерименту" призначена для набуття навичок роботи в лабораторії, оволодіння теоретичними та практичними знаннями з властивостей матеріалів та опанування методів виконання різних видів робіт та операцій в лабораторії, що дозволить ефективно виконувати лабораторний практикум з усіх дисциплін хімічного профілю.

Лабораторні роботи мають на меті ознайомити студентів з хімічним посудом та приладдям, методикою миття та очистки посуду, виготовленого з різних матеріалів, технікою проведення певних операцій в хімії, призначені навчити основним прийомам роботи в хімічній лабораторії і привчити студентів до неухильного виконання вимог техніки безпеки.

ТЕМА 1. ХІМІЧНИЙ ПОСУД

Лабораторна робота № 1

Робота з лабораторним посудом

Мета роботи: засвоєння правил роботи в хімічній лабораторії; ознайомлення з різними видами хімічного посуду; опанування навичок приготування сумішей для миття хімічного посуду, набуття вміння миття хімічного посуду.

Обладнання та реактиви: зразки посуду різноманітного призначення; волосяні йоржі; склянки на 0,5 дм³ для зберігання розчинів; стакани на 250, 500 см³; скляні палички; шпателі; мірні циліндри 100, 250 см³; технічні терези та набір різноваг; фільтрувальний папір; дистильована вода; розчини 8М H₂SO₄, 6 М HCl, 30 % H₂O₂, 5 % KMnO₄; K₂Cr₂O₇ або Na₂Cr₂O₇, NaHCO₃.

Методика виконання роботи

Кожна група студентів одержує набір хімічного посуду. Студенти повинні ознайомитись із запропонованими зразками посуду, після чого замалювати його в протоколах та надати детальний опис – матеріал, призначення, особливості конструкції та роботи з ним. Також зазначається стан поверхні та пропонується порядок очищення.

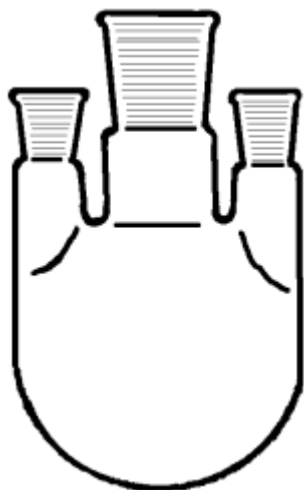
Після ознайомлення з посудом студенти мають приготувати згідно із завданням викладача одну із описаних вище хімічних сумішей для миття посуду, при цьому необхідно дотримуватись усіх вимог техніки безпеки. Суміш готується змішуванням компонентів у термостійкому хімічному стакані і потім переливається в заздалегідь заготовлену склянку, яку потім закривають та наклеюють на бічну поверхню етикетку із необхідною інформацією. Приготовлена хімічна суміш надалі використовується для миття посуду.

Миття запропонованих зразків посуду проводять згідно із встановленим порядком, корегуючи його відповідно до стану поверхні, – спочатку миття за допомогою йоржиків, потім знежирюючими розчинами і далі за допомогою хімічних сумішей із ретельним промиванням водопровідною водою між операціями та дистильованою – наприкінці миття. Після очищення посуду проводять аналіз контролю чистоти поверхні та сушать посуд. Відмитий та висушений посуд має бути продемонстрований викладачу.

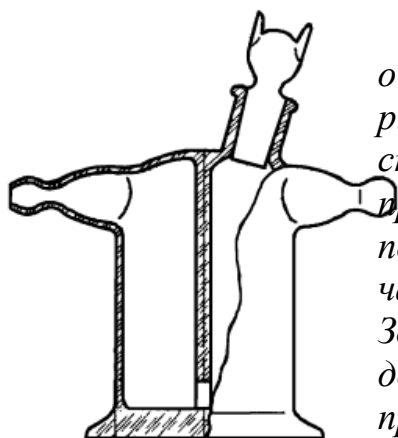
Приклад завдання

Описати призначення запропонованих зразків хімічного посуду та стан його поверхні. Приготувати 250 см³ хромової (перманганатної, Комаровського) суміші та виконати миття отриманого посуду.

Приклад опису завдання



Колба круглодонна з трьома горловинами, призначена для перегонки під вакуумом та проведення різних препаративних робіт, що вимагають підведення термометра, мішалки тощо. Надана колба виготовлена з боросилікатного скла, терmostійка. Зсередини колби наявні забруднення у вигляді нальоту бурого кольору. Запропонований порядок очищення: механічне за допомогою йоржика, миття теплим содовим розчином, миття хромовою сумішшю, ретельне промивання дистильованою водою.



Склянка Тищенко, призначена для очищення газів від домішок пропусканням через рідкий поглинач. Виготовлена із звичайного скла, обладнана трьома тубусами (два для пропускання газу і один для наливання поглинача) та скляною перегородкою, в нижню частину якої впаяний фільтр з пористого скла. Зсередини склянка має білуватий наліт, який добре змочується водою. Для очищення пропонується миття сумішшю Комаровського з наступним промиванням дистильованою водою.

Питання для самоконтролю

1. Обґрунтуйте вибір матеріалів для виготовлення хімічного посуду.
2. Опишіть основні характеристики хімічного скла, порцеляни.
3. За якими ознаками характеризують хімічний посуд?
4. Опишіть поділ хімічного посуду на групи відповідно до їх призначення. Поясніть необхідність такого поділу.
5. Поясніть як, виходячи з особливостей посуду, визначити його призначення.
6. Назвіть основні етапи очищення та миття хімічного посуду.
7. Які існують суміші для миття хімічного посуду?
8. Опишіть способи контролю чистоти поверхні посуду.
9. Назвіть основні забруднювачі, які присутні у повітрі хімічної лабораторії.
10. Наведіть основні правила роботи з хімічним посудом.

Лабораторна робота № 2

Робота з мірним посудом

Мета роботи: ознайомлення з різними видами мірного посуду; набуття навичок перевірки мірного посуду.

Обладнання та реактиви: дистильована вода; терези; стакани на 250, 500 см³; мірні циліндри; мірні колби; піпетки Мора та градуйовані; бюретки; мікробюретки; пікнометри.

Теоретичні відомості

Одиниця вимірювання об'єму речовини – кубічний метр (1 м³). Літр – спеціальна назва кубічного дециметра (1 л = 1 дм³ = 10⁻³ м³). При точних вимірюваннях застосовують співвідношення 1 л = 1,000028 дм³.

Вимірювання об'єму рідин виконують за допомогою мірних посудин з мітками, що вказують на їх місткість.

До мірного посуду відносять бюретки, мірні колби, піпетки, мірні циліндри, мензурки та градуйовані пробірки.

На кожній посудині повинні бути такі написи:

- а) число, яке вказує номінальну ємність (за винятком виробів з лініями градування, де вказана ємність);
- б) символ «см³» або символ «мл», що показує одиницю об'єму, в яких градуйована посудина;
- в) напис «20°C», що показує температуру, при якій посудина відкалібрована;
- г) літери «In» або N, що показують, що посудина калібрована на наливання, або літери «Ex» або O, що показують, що посудина калібрована на відливання;
- г) цифра, що показує клас точності посудини;
- д) ім'я або знак виробника та / або продавця.

Бюретки, колби і піпетки, які використовуються для точних вимірювань, калібрують по зразковим мірам місткості 1 або 2 розряду зазвичай при температурі 20°C. У відповідності із цим бюретки, мірні колби і піпетки виготовляють 1 та 2 класів точності. Припустиме відхилення для бюретонок і градуйованих піпеток 1 класу точності дорівнює половині ціни найменшої поділки шкали, а 2-го класу – ціні найменшої поділки шкали.

Зміна об'єму мірного посуду внаслідок стиснення чи розширення скла при зміні температури незначна, що робить можливою роботу з ним при температурі, що відрізняється від 20°C на декілька градусів, не вводячи виправлень.

Види мірного посуду

Мірні циліндри – циліндричні посудини різної місткості з нанесеними на зовнішній стінці поділками, що вказують об'єм у мілілітрах (рис. 1, а). Щоб відміряти необхідний об'єм рідини, її наливають у мірний циліндр доти, поки нижній меніск не досягне рівня потрібної поділки. Мірні циліндри калібрують зазвичай на наливання. Циліндри виготовляють зі скла і прозорих поліетилену або поліпропілену. Скляні циліндри можуть мати пластмасову підставку.

Об'єми летких кислот, органічних розчинників або рідких розчинів газів звичайно вимірюють за допомогою мірних циліндрів із притерим скляним корком, корком із фторопласту або поліетилену (рис. 1, б). Такі циліндри зручні і для оцінки об'єму рідких гетерофазних систем. Похибка при визначенні об'єму рідин за допомогою мірних циліндрів знаходиться у межах 0,1–1 %.

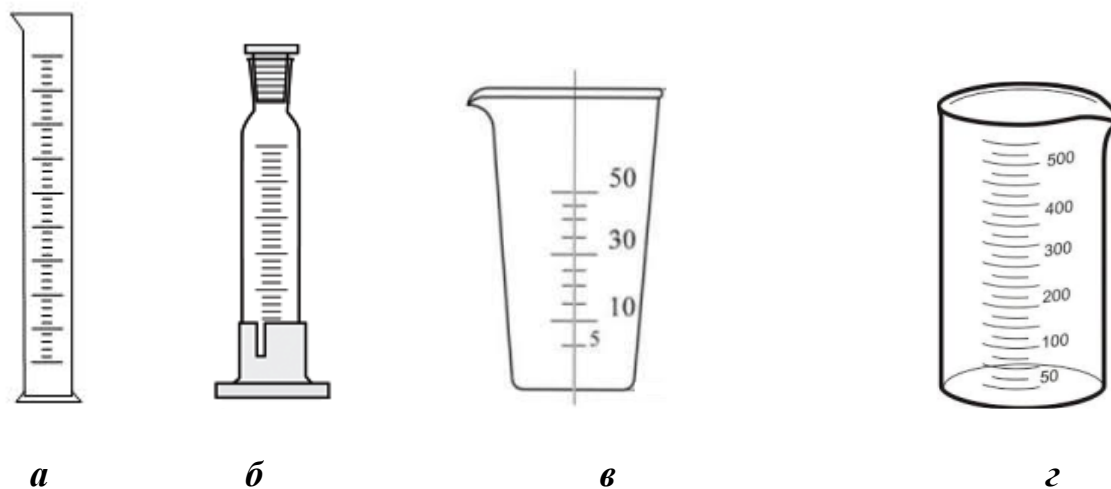


Рис.1. Звичайний мірний циліндр (а) та з пришліфованим корком (б), мензурка (в) та мірний стакан (г).

Мензурки (від лат. *mensura* – міра) – посудини конічної форми, у яких, як і у мірних циліндрів, на зовнішній поверхні нанесені поділки для вимірювання об'єму рідини в мілілітрах (рис. 1, в). Мензурки застосовують для вимірювання об'єму осадів, що утворюються при відстоюванні суспензій. Осад збирається в нижній частині мензурки. Їх використовують також для визначення об'ємів двох рідких фаз, що не змішуються, одна з яких, більшої густини, присутня у меншій кількості. Мензурки калібрують на відливання.

У технологічній практиці при дозуванні малолетких рідин застосовують **скляні мірні кружки чи стакани** (рис. 1, г).

Мірні колби (рис. 2) використовують для приготування розчинів певної концентрації. Вони мають вузьке горло з однією або декількома мітками, що означають границю відмірюваного об'єму. Місткість мірних колб коливається від 5мл до 2 л. На кожній колбі зазначена місткість (у мл) і температура, при якій проводилося її калібрування, зазвичай це 20°C.

Мірні колби є вимірювальними посудинами, розрахованими на вливання, тобто об'єм рідини до мітки відповідає місткості колби. Змочування стінок і розтікання рідини по внутрішній поверхні колби не грають ніякої ролі. Мірні колби можуть мати пришліфовані скляні корки, а також гумові, фторопластові або поліетиленові корки.

Для приготування розчинів твердих речовин суворо певної концентрації застосовують **мірні колби Штоманна** з двома кільцевими мітками на горлі та **Кольрауша** з розширеною верхньою частиною горла. У таку мірну колбу зручно насипати через лійку з короткою трубкою подрібнену в ступці тверду речовину.

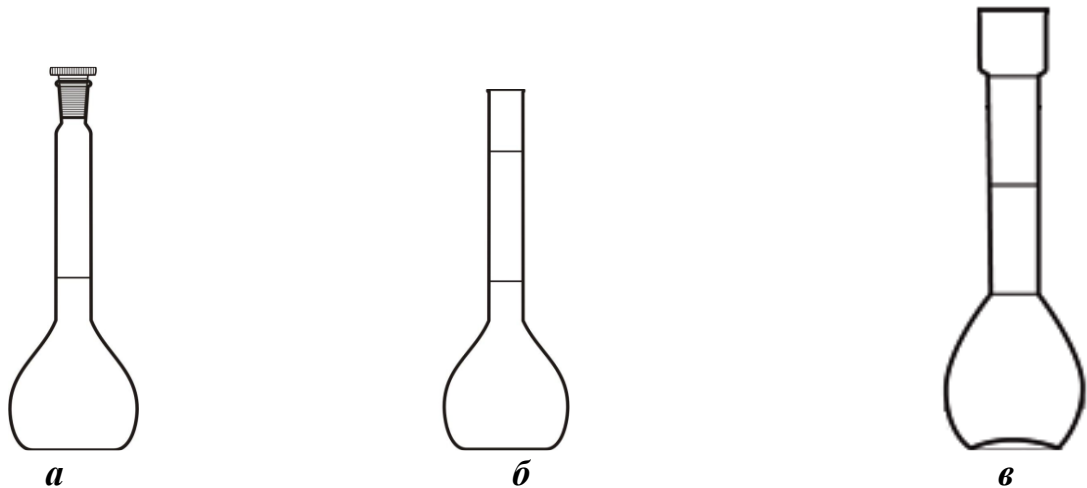


Рис. 2. Мірні колби: з корком (а), Штоманна (б), Кольрауша (в).

Пікнометри (від грець. *pykno* – густий) – посудини невеликого об’єму, які застосовують для визначення густини рідин і твердих речовин (рис. 3). Існує багато різновидів пікнометрів. Їхня форма визначається природою досліджуваної речовини, зручністю і відтворюваністю заповнення і зважування, необхідною точністю вимірювання. Але навіть при найбільш точній роботі ($\pm 5 \cdot 10^{-6}$ г/см³) не слід збільшувати об’єм кожного з пікнометрів понад 30 мл, якщо вважати похибку зважування 0,1 мг. Крайці за якістю пікнометри виготовлені зі скла марки "пірекс" або із кварцового скла, яке має низький коефіцієнт термічного розширення.

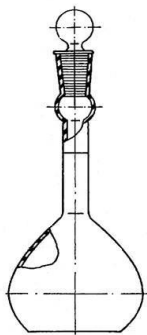


Рис. 3. Пікнометр

Звичайний **пікнометр** – це невелика мірна колба із протравленою навколо горла міткою, що визначає його місткість. Простір, розташований над міткою, може заповнювати рідина у випадку її розширення при зважуванні. Такі пікнометри рекомендуються для вимірювання густини чистих однокомпонентних рідин. Нанесення по всій висоті горла міток, розташованих на рівних відстанях одна від одної, роблять пікнометр більш зручним для роботи.

Піпетки служать для вимірювання об’єму рідини у вигляді цілої порції (об’єм піпетки від 0,1 до 200мл) або її частини (рис. 4). Піпетку заповнюють за допомогою гумової груші, приєднавши її до верхнього кінця піпетки.

Засмоктувати рідину в піпетку ротом не рекомендується! Це небезпечно для здоров’я (рідина і її пари можуть потрапити в рот і легені) і, крім того, призводить до забруднення жиром і слиною внутрішніх стінок піпетки.

Піпетки завжди відкалібровані на витікання, тобто зазначений на піпетці об’єм відповідає об’єму рідини, що витікає, коли піпетку наповнюють до відмітки на верхній трубці, а потім дають рідині самостійно витікати. В об’єм

витікаючої рідини не входить рідина, яка залишається в носіку нижньої трубки, і рідина, яка змочує стінки піпетки. Нижній отвір піпетки не повинен бути широким, щоб швидкість витікання рідини не була великою, але і не занадто вузьким, щоб наприкінці витікання рідини в місці з'єднання нижньої трубки з балоном піпетки не утворилася крапля.

Вважають, що тривалість вільного витікання води з піпеток місткістю 5, 10, 25, 50 і 100 мл повинна бути рівною відповідно 15, 20, 25, 30 та 40 с.

Піпетки поділяються на такі, що призначені на виливання всього об'єму рідини (*піпетки Мора*) (рис. 4, а, б), та для часткового зливу необхідного об'єму рідини відповідно до градування (рис. 4, г). Об'єм отруйних рідин, кислот і сильних основ відмірюють піпетками із запобіжним розширенням у верхній трубці піпетки (рис. 4, в).

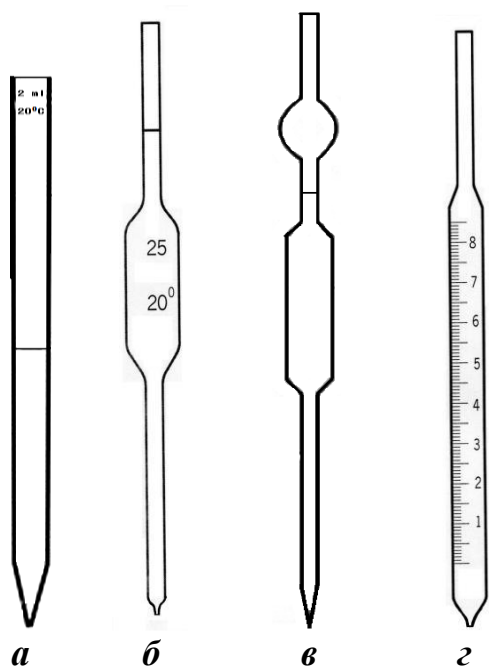


Рис. 4. Піпетки Мора (а, б), для дозування небезпечних рідин (в) та градуйовані (г).

Піпетки звичайно калібрують по чистій воді, тому ними не можна відмірювати рідини, в'язкість яких помітно відрізняється від в'язкості води. Об'єм відібраної рідини в цьому випадку не буде відповідати зазначеному на піпетці, тому для в'язких рідин піпетку треба перекалібрувати. Якщо деякі розчини залишають на стінках піпетки прилиплі краплі, навіть, при ретельному знежиренні скла, то рекомендують піпетки піддавати силіконуванню – покриттю внутрішніх стінок найтоншою силіконовою плівкою, що не змочується водою. Силіконовану піпетку калібрують по чистій воді при температурі 20°C. У силіконованих піпетках меніск рідини опуклий.

Утворена при силіконуванні гідрофобна плівка не змивається плівкою, що не змочується водою. Силіконовану піпетку калібрують по чистій воді при температурі 20°C. У силіконованих піпетках меніск рідини опуклий. Утворена при силіконуванні гідрофобна плівка не змивається водою і не руйнується кислотами, її можна видалити лише при кип'ятінні піпетки в 10%-му водному розчині КОН або NaOH.

Бюретка – циліндрична скляна трубка з поділками, краном або затискачем, проградуйована в мілілітрах (рис. 5). Бюретки застосовують для точного вимірювання невеликого об'єму і при титруванні.

Об'ємні бюретки із ціною поділки в 0,1 мл дозволяють вести відлік з точністю до 0,02 мл. Безкранові *бюретки Мора* мають у нижній частині гумову трубку з капіляром. Гумова трубка пережимається або затискачем Мора, або усередину її закладають скляну кульку чи паличку з кулястим

потовщенням (рис. 5, *a*). Рідина з такої бюретки витікає при натисканні пальцями на верхню частину кульки. Бюретки з гумовою трубкою застосовують для слабо лужних розчинів, що зазвичай заїдають притерті скляні крани. Недолік таких бюреток у тому, що гумова трубка на початку і наприкінці виливання розчину розтягується в різному ступені внаслідок різниці гідростатичних тисків і різного ступеня обтиснення кульки пальцями. Похибка буде менше, якщо використовувати порівняно товстостінний і короткий еластичний шматок гумової трубки, а затискач надягати на неї завжди на тому самому місці. При цьому необхідно також уникати розчинів, що окиснюють каучук, зокрема, розчинів йоду у водному розчині КІ.

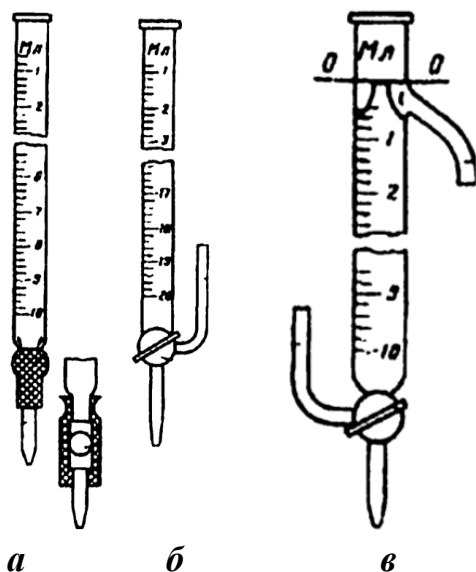


Рис. 5. Бюретки: безкранова бюретка з гумовою трубкою (*a*), з триходовим краном (*б*), з автоматичним нулем (*в*).

Заповнюють бюретку розчином через лійку з коротким кінцем, що не доходить до нульової поділки. Потім розчин спускають так, щоб він заповнив усю частину бюретки нижче крана або затиску до нижнього кінця капіляра. Тільки після цього розчин в бюретці встановлюють на нульову поділку, при цьому в нижній частині бюретки не повинно залишатися бульбашок повітря. Якщо бюретка має двоходовий кран (рис. 5, *б*), то її заповнюють знизу, для чого до вигнутої трубки приєднують гумовий шланг від бутля з розчином.

В бюретці з автоматичним нулем нульової позначки є верхній зріз відростку 0–0 (рис. 5, *в*).

При подачі розчину через нижню бічну трубку він піднімається до позначки 0–0, а надлишок стікає через верхню бічну трубку. Після припинення подачі розчину його рівень автоматично встановлюється на верхньому зрізі відростку 0–0.

Місцем відліку рівня розчину в бюретці завжди вибирають нижній край меніска. По цьому краю і калібрують бюретку. Тільки у випадку непрозорих розчинів (водний розчин KMnO_4 , розчин I_2 у водному розчині КІ та ін.) необхідно робити відлік по верхньому краю меніска.

Верхній кінець бюретки закривають від потрапляння пилу і випаровування розчину маленькою склянкою або широкою, але короткою пробіркою.

Перевірка мірного посуду

Мірні колби, пікнометри, піпетки і бюретки перед роботою необхідно перевіряти. Масове виробництво мірного посуду без паспортизації кожної її

одиниці призводить до того, що зазначена на мірному посуді місткість часто не відповідає дійсній.

Перед перевіркою мірний посуд ретельно миють і висушують. Висушений мірний посуд, використовуваний на "вилівання" (піпетки і бюретки), перед перевіркою змочують чистою водою: наливають її в посуд, який перевіряють, і дають постояти 1-2 хв, після чого виливають, як і при звичайному використанні.

Перевірка мірного посуду полягає у визначенні маси чистої води, що не містить домішок і розчиненого повітря, наливої в посуд до мітки (мірні колби і пікнометри) або вилитої з неї (піпетки і бюретки) при даній температурі і атмосферному тиску. Для перевірки мікропіпеток і мікробюреток замість води застосовують ртуть. По знайденій масі води або ртуті визначають дійсну місткість мірного посуду, використовуючи таблиці густини води або ртуті для визначених температури та тиску. Якщо тиск в лабораторії нижчий за нормальний, то на кожний міліметр різниці додають поправку, наведену в таблиці 1. Якщо тиск вищий за нормальний, поправку відповідно віднімають. Різниця між табличною та фактичною масою води відповідає поправці на об'єм для вимірюваного посуду. Перед перевіркою мірний посуд ретельно очищують та висушують, а міри, що калібровані на відливання, безпосередньо перед перевіркою змочують дистильованою водою.

При перевірці піпеток з однією міткою воду з них спускають у бюкс із кришкою і зважують. Не виливаючи воду з бюкса, спускають у нього знову повну піпетку і зважують. Так роблять і втретє. Із трьох значень маси води беруть середнє. Користуючись даними табл. 1, вносять виправлення на барометричний тиск та розраховують дійсну місткість перевіряваної піпетки.

Перевірку градуйованих піпеток проводять так само, як і бюреток, для чого на нижній кінець піпетки надягають гумову трубку зі скляним наконечником і затискачем. При перевірці бюреток вимірюють масу всього її об'єму, а потім – масу води через кожні 10 мл. Для точного калібрування перевіряють масу кожного мілілітра.

Таблиця 1.

Маса 1 л води при різних температурах

Температура води і повітря, °С	Маса 1 л води, г	Поправка на атмосферний тиск
15	997,925	0,00142
16	997,798	0,00141
17	997,659	0,00141
18	997,510	0,00140
19	997,349	0,00140
20	997,177	0,00139
21	996,995	0,00139
22	996,802	0,00138

Мірні колби, калібровані на відливання, встановлюють на рівну горизонтальну поверхню та наповнюють водою точно до мітки. Потім з

колби виливають воду в завчасно зважений стакан чи конічну колбу. Дають стекти краплям води протягом 10–20 с та зважують посудину з водою. Після віднімання маси тари одержують значення маси води, вилитої з колби. Це визначення повторюють три рази та розраховують середню масу вилитої води. Для перевірки мірних колб на наливання їх ретельно очищують, висушують та зважують. Потім колбу наповнюють дистильованою водою до мітки та зважують знову. Користуючись даними табл. 1, по масі води знаходять місткість перевіряваної колби.

ГОСТ 1770–74 встановлює границі припустимої похибки ΔV перевірюваних мірних посудин в залежності від їх класу, точності і місткості.

Таблиця 2.

Границі припустимої похибки ΔV для мірного посуду 2 класу

Місткість V, мл	ΔV , мл, піпеток		ΔV , мл, бюреток	ΔV , мл, мірних колб
	з однією міткою	градуйованих		
2000	—	—	—	1,00
1000	—	—	—	0,60
500	—	—	—	0,30
250	—	—	—	0,20
200	0,20	—	0,50	0,20
100	0,16	0,2	0,20	0,20
50	0,10	0,16	0,10	0,10
25	0,08	0,10	0,10	0,06
20	0,06	0,10	—	—
15	0,04	0,10	—	—
10	0,04	0,10	0,05	0,04
5	0,02	0,05	0,02	0,02
2	0,01	0,01	0,01	—
1	0,01	0,01	0,01	—

Методика виконання роботи

Студенти мають ознайомитись із запропонованими зразками мірного посуду, ретельно вимити його і висушити, після чого повинні провести перевірку мірного посуду та розрахувати поправку на об'єм для мірного посуду. В протокол вносяться зображення мірного посуду, його характеристики (об'єм, тип виконання), призначення та усі розрахунки.

Приклад розрахунку: Середнє значення маси води в об'ємі перевірюваного мірного посуду з позначеною місткістю $V_{\text{ном}} = 25$ мл при температурі 19°C і тиску 750 мм. рт. ст. відповідає 24,980 г. З таблиці 1 знаходимо, що при 19°C маса 1 л води дорівнює 997,349 г, тобто маса 1 мл води дорівнює 0,997349 г. Поділивши 24,98 на 0,997349, знаходимо, що місткість мірного посуду дорівнює 25,046 мл. Поправка на тиск складає $0,0014 \cdot (760 - 750) = 0,014$ мл. Додаючи її до обрахованого об'єму, отримуємо $V_{\text{дійсн}} = 25,06$ мл. Звідси величина поправки на об'єм $\Delta V = V_{\text{дійсн}} - V_{\text{ном}} = 25,06 - 25,00 = +0,06$ мл.

Приклади завдань

Завдання 1. Ознайомитись з видами мірного посуду, замалювати його та надати опис.

Завдання 2. Визначити поправку на об'єм мірного циліндра (стакана), мірної колби, піпетки Мора, бюретки (мікробюретки, пікнометра) та градуйованої піпетки.

Питання для самоконтролю

1. Наведіть види мірного посуду.
2. Назвіть одиниці вимірювання об'єму та їх взаємний перерахунок.
3. Опишіть типи посуду для визначення об'єму рідини.
4. Які існують класи точності мірного посуду і що вони показують?
5. Для чого використовуються мірні колби? Наведіть приклади. Як відрізнити мірні колби, відкалібровані на наливання від колб, відкаліброваних на виливання.
6. Які існують піпетки? На що вони відкалібровані?
7. Що таке бюретка? Яке призначення цього посуду? Які види бюреток відомі?
8. Що таке пікнометр? Яке його призначення?
9. Опишіть методику відбору проб та визначення об'єму за допомогою різних видів мірного посуду.
10. Наведіть методику перевірки об'ємів мікропіпеток та мікробюреток.

ТЕМА 2. РОЗЧИНИ

Лабораторна робота № 3

Приготування розчинів різної концентрації

Мета роботи: оволодіти навичками приготування розчинів різної концентрації; навчитися перераховувати різні способи вираження концентрації один в інший.

Обладнання та реактиви: дистильована вода; електронні терези WSP 210/c/1; стакани на 150, 200 см³; мірні циліндри 50, 100 см³; піпетки Мора та градуйовані; мірні колби 100 см³; тверді речовини FeCl₃·6H₂O, BaCl₂·6H₂O, CuSO₄·5H₂O, Al₂(SO₄)₃·18H₂O, SbCl₃, Bi(NO₃)₃·3H₂O, Pb(NO₃)₂, Pb(CH₃COO)₂·3H₂O; стакани на 100, 150 см³; скляні палички; шпателі; розчини бн H₂SO₄, 3m HCl, 23 % NaOH.

Теоретичні відомості

Способи вираження концентрації розчинів

Концентрація – розмірна чи безрозмірна величина, що показує співвідношення компонентів розчину. Для системи, що складається з розчиненої речовини і розчинника, концентрацією розчиненої речовини називають кількість речовини, що міститься в певній кількості розчину чи розчинника. Найчастіше використовують наступні способи вираження концентрації:

Масова частка ω , % – це число одиниць маси розчиненої речовини, що міститься в 100 одиницях маси розчину і виражене у відсотках (частках від одиниці).

Молярна концентрація (молярність) C_M , моль/л (моль/дм³, М), виражається числом моль розчиненої речовини в 1 л (1 дм³) розчину.

Молярна концентрація еквівалента (нормальність) C_E , моль/л (н), виражається числом еквівалентів розчиненої речовини в 1 л розчину.

Моляльність C_m , моль/кг розчинника (m) – число моль речовини, що міститься в 1 кг розчинника.

Для перерахунку концентрацій зручно користуватись формулами:

$$\omega = \frac{m_1}{m_1 + m_2} = \frac{C_M \cdot M}{\rho \cdot 1000} = \frac{C_E \cdot E_m}{\rho \cdot 1000} = \frac{T}{\rho} = \frac{C_m \cdot M}{1000 + C_m \cdot M}$$

$$C_M = \frac{m_1}{M \cdot V} = \frac{\omega \cdot \rho \cdot 1000}{M} = \frac{C_E \cdot E_m}{M} = \frac{1000 \cdot C_m \cdot \rho}{1000 + C_m \cdot M} = \frac{1000 \cdot T}{M}$$

Техніка приготування розчинів

Розчини кислот і основ приблизної концентрації служать як допоміжні реагенти при виконанні аналітичних, препаративних й інших робіт. Концентрацію подібних розчинів розраховують або по ступеню розведення вихідних речовин (розчинів), або по масі речовини (зважується на технічних терезах), розчиненої у відомій масі (відомому об'ємі) розчинника. Часто приблизну концентрацію розчинів визначають за величиною густини розчину.

Розчини з точною, заздалегідь встановленою концентрацією, які називають *стандартними* або *титрованими* розчинами, служать для визначення точної концентрації інших розчинів.

Незалежно від того, які за точністю концентрації готують розчини, застосовувати треба тільки чисті вихідні речовини й воду високого ступеня очищення, а в ряді випадків (для розчинів NaOH, Na₂S₂O₃) – очищену від CO₂.

Необхідно мати на увазі, що швидкість розчинення твердої речовини залежить від розміру частинок (подрібнена розчиняється швидше) та від температури.

Деякі речовини не змочуються водою і плавають на її поверхні, утворюючи тонку плівку. Для приготування водних розчинів подібних речовин рекомендують порошок спочатку змочити невеликою кількістю етилового спирту (якщо він інертний відносно компонентів розчину), а вже потім доливати воду.

Посуд для розчинення й зберігання розчинів лугів повинен бути обладнаний хлоркальцієвими трубками, заповненими натронним вапном (суміш NaOH та Ca(OH)₂), щоб захистити розчин від CO₂. У деяких випадках розчини необхідно зберігати в атмосфері інертного газу (N₂, CO₂). Розчини речовин, що розкладаються під дією світла, наприклад AgNO₃, необхідно

зберігати в посудинах з коричневого скла або вкритих чорним лаком (у крайньому випадку – загорнутих у чорний папір).

Розчини заданої концентрації готують із застосуванням мірних колб, у які вводять розраховану кількість речовини, що розчиняють. Для приготування розчину потрібної концентрації розведенням існуючого розчину в мірну колбу спочатку наливають через лійку необхідну кількість вихідного розчину, а потім наповнюють колбу до половини розчинником і обережно струшують круговими рухами, притримуючи рукою колбу за дно. Перемішування продовжують до повного перемішування рідин. Після цього колбу залишають на 5–10 хв для вирівнювання її температури з навколишнім середовищем, потім доливають розчинник, не доводячи до мітки на 5–10 мм, і висушують горло над міткою згорнутим у трубочку шматком фільтрувального паперу. Нарешті доливають розчинник по краплях до мітки, намагаючись не замочити внутрішню частину горла. Наповнену колбу закривають корком і обережно перемішують вміст, перевертаючи колбу; тримати її треба при цьому двома руками: лівою за основу, а правою – за горло із корком.

Якщо речовина, розчин якої хочуть одержати, у вихідному стані є кристалічною або може утворювати кристалогідрати, то спочатку необхідно провести її розчинення в невеликій кількості розчинника в стакані, а вже потім вводити одержаний концентрований розчин в мірну колбу. Розчинення речовин проводять зазвичай в хімічних склянках при перемішуванні суміші твердої і рідкої фаз склянкою паличкою з надягнутим на її кінець шматочком гумового або поліетиленового шланга. Коли розчинення речовини відбувається повільно, суміш нагрівають і застосовують механічне перемішування. Якщо розчинення ведуть при нагріванні, то порошок речовини вводять у рідину порціями. Поява на дні нагрівної посудини шару речовини, яка не розчинилася, може викликати місцевий перегрів посудини і її руйнування.

Під час приготування розчинів кислот потрібно дотримуватися таких правил:

1. Розчин не можна готувати в товстостінному посуді, так як при розведенні кислот, особливо сульфатної, відбувається сильне розігрівання. Розчини кислот готують в тонкостінних колбах.

2. **При розведенні не можна наливати воду в кислоту!** У колбу наливають розраховану кількість води, а потім тонким струменем, поступово, при перемішуванні добавляють потрібну кількість кислоти. Кислоту і воду відмірюють мірними циліндрами.

3. Після охолодження розчину його переливають в бутель і наклеюють етикетку; паперову етикетку парафінують; можна зробити етикетку особливої фарбою прямо на бутлях.

4. Якщо концентрована кислота, з якої будуть готувати розбавлений розчин, зберігається довгий час, то необхідно уточнити її концентрацію. Для цього вимірюють її густину і по таблиці знаходять точний вміст кислоти в розчині.

Методика виконання роботи

Якщо необхідно приготувати будь-який розчин (кінцевий) розведенням вже існуючого (початкового) розчину більшої концентрації, то спочатку варто перерахувати задані концентрації в інші широко вживані способи вираження та представити отримані величини у таблиці 1.

Таблиця 1.

Вихідні дані

Спосіб вираження концентрації	Розчин
початковий	кінцевий
молярна, моль/дм ³	
масова частка, %	
нормальність, моль/дм ³	

Дані обчислення проводяться з точки зору зручності використання в розрахунках саме молярної концентрації, оскільки при розведенні кількість речовини залишається сталою, змінюється тільки об'єм розчину за рахунок додавання розчинника, що може бути відображено у рівнянні

$$n_1 = n_2, \text{ або } C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2,$$

де n – кількість розчиненої речовини; C – молярна концентрація; V – об'єм розчину; індекси 1 і 2 відносяться до розчинів з початковою та кінцевою концентрацією відповідно.

Величини густини початкового та кінцевого розчину можна одержати з довідкової літератури. Значення густини треба брати з якомога більшою точністю, для чого необхідно використовувати методи інтерполяції з табличних величин.

Наприклад, для визначення величини y при значенні величини x можна скористатись теоремою подібності, якщо відомі сусідні значення $x_1 < x < x_2$ та $y_1 < y < y_2$,

$$y = y_1 + (y_2 - y_1) \cdot \frac{(x - x_1)}{(x_2 - x_1)}$$

Приклад 1. Визначити, яку кількість розчину H_2SO_4 з концентрацією 3 моль/кг необхідно взяти для приготування 200 см³ розчину з концентрацією 10 %.

Спочатку знайдемо з літературних даних величини густини розчинів. Для початкового розчину концентрація дана в одиницях моляльності, тому переведемо спочатку у масову частку:

$$\omega = \frac{100 \cdot m \cdot M_{H_2SO_4}}{m \cdot M_{H_2SO_4} + 1000} = \frac{100 \cdot 3 \cdot 98}{3 \cdot 98 + 1000} = 22,72\%$$

Випикуємо з таблиці залежності густини від концентрації необхідні величини ρ , г/см³

Для початкового розчину: ρ , г/см ³	ω , %
1,135	19,42
1,170	23,95

Тоді

$$\rho_1 = 1,135 + (1,170 - 1,135) \cdot \frac{(22,72 - 19,42)}{(23,95 - 19,42)} = 1,1605 \text{ г/см}^3$$

Для кінцевого розчину: ρ , г/см ³	ω , %
1,065	9,843
1,070	10,56

$$\rho_2 = 1,065 + (1,070 - 1,065) \cdot \frac{(10 - 9,843)}{(10,56 - 9,843)} = 1,0661 \text{ г/см}^3$$

Тепер переведемо концентрацію початкового та кінцевого розчинів у молярні концентрації:

$$C_M^1 = \frac{1000 \cdot \rho_1 \cdot m_1}{m_1 \cdot M_{H_2SO_4} + 1000} = \frac{1000 \cdot 1,1605 \cdot 3}{3 \cdot 98 + 1000} = 2,69 \text{ моль/л}$$

$$C_M^2 = \frac{\omega \cdot \rho_2 \cdot 1000}{M} = \frac{0,1 \cdot 1,0661 \cdot 1000}{98} = 1,087 \text{ моль/л}$$

Оскільки відомо, що $V_2 = 200 \text{ см}^3$, то для приготування необхідно взяти такий об'єм розчину з концентрацією 3 моль/кг:

$$V_1 = \frac{C_M^2 \cdot V_2}{C_M^1} = \frac{1,087 \cdot 200}{2,69} = 81 \text{ см}^3$$

Після проведення даних розрахунків визначають кількість (об'єм) початкового розчину, необхідну для приготування розчину заданої концентрації, та готують розчин, дотримуючись правил техніки безпеки.

Завдання

Завдання 1. Приготувати 100 мл ___% розчину солі, виходячи з її кристалогідрату.

Завдання 2–4. Розведенням розчину кислоти (лугу) з концентрацією X, приготувати 100 мл розчину з концентрацією Y (таблиця 2).

Завдання 5. Приготувати 100 мл ___% розчину деякої солі.

Таблиця 2.

Завдання 2–4

Варіант	Концентрація X		
	6 н H ₂ SO ₄	3 м HCl	23% NaOH
	Концентрація Y		
1.	10 %	2,5 М	1,4 М
2.	17,5 %	1,8 М	4,5 М
3.	13 %	2,3 М	5,3 М
4.	2 М	1,9 н	3,5 н
5.	1,7 М	2 н	3,6 н
6.	2,4 М	2,3 н	6 н
7.	1,5 м	8 %	2,8 м
8.	2,3 м	7,5 %	6,2 м
9.	2,6 м	9,5 %	4,9 м

Питання для самоконтролю

1. Що називають розчином?
2. Яку складову частину розчину називають розчинником, а яку – розчиненою речовиною?
3. Які розчини називають насиченими, ненасиченими та пересиченими? Назвіть головну ознаку насиченого розчину.
4. Що називають розчинністю речовини? Від яких факторів вона залежить?
5. Що таке концентрація?
6. Наведіть основні способи вираження концентрації розчинів.
7. Опишіть методику приготування розчину з наважки твердої речовини.
8. Опишіть методику приготування розчину розведенням більш концентрованого.
9. Які правила техніки безпеки під час приготування розчинів кислот?
10. Назвіть особливості зберігання розчинів лугів, солей Аргентуму тощо.

Визначення густини та концентрації розчинів

Мета роботи: оволодіти навичками виконання операцій визначення густини рідин ареометричним та пікнометричним методами; навчитись уточнювати концентрацію розчину фізичними та хімічними методами.

Обладнання та реактиви: дистильована вода; бюкси скляні; терези електронні WSP 210/c/1; неградуйовані циліндри 250 см³; піпетки Мора та градуйовані; набір ареометрів; бюретки; стандартні розчини 0,1 н HCl, 0,1 н NaOH; індикатори метилоранж, фенолфталеїн; конічні колби 250 см³; пікнометри 10, 15, 25, 50 см³; розчини речовин, приготовлених у лабораторній роботі № 3.

Теоретичні відомості

Густина речовини (символ ρ , одиниця кг/м³, г/мл, г/см³) – величина, рівна відношенню маси речовини m до її об'єму V :

$$\rho = m/V.$$

Густину рідини або розчину можна визначити за допомогою ареометрів, гідростатичних терезів, пікнометрів та іншими способами.

Визначення густини за допомогою ареометрів. Ареометри сталої маси (інша назва – денсиметри) зазвичай є скляними. Вони мають у верхній частині паперову шкалу із зазначенням густини в розмірності г/см³. Нижня частина ареометра заповнена баластом (свинцеві дробинки), нерухомо закріпленим зв'язувальною речовиною. Баласт потрібний для зниження центра ваги ареометра, щоб останній при зануренні в рідину плавав у строго вертикальному положенні й перебував при цьому в стійкій рівновазі. На паперовій смужці у верхній трубці ареометра зазначена температура, при якій він відкалібрований, – звичайно це 20°C.

При зануренні в рідину ареометр, відповідно до закону Архімеда, зазнає дію виштовхувальної сили, яка рівна масі витиснутої ним рідини. У той момент, коли виштовхувальна сила стає рівна вазі всього ареометра, настає стан рівноваги, і ареометр починає плавати в рідині. Чим більше густина рідини, тим на меншу глибину занурюється ареометр, тому чисельні значення густини на шкалі ареометра розташовуються в зростаючому порядку зверху вниз.

Рідину для вимірювання густини наливають у скляний циліндр (рис. 6.) із діаметром, що вдвічі перевищує діаметр корпуса ареометра, і висотою більшою, ніж довжина ареометра. Циліндр перед заповненням рідиною необхідно вимити й висушити. Заповнений рідиною циліндр витримують у кімнаті доти, поки температура його вмісту не буде відрізнятися від температури навколишнього повітря на $\pm 2^\circ\text{C}$. Після вирівнювання температур рідини й повітря в циліндр обережно опускають ареометр, взявши його двома пальцями за верхній кінець трубки.

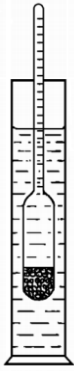


Рис. 6.
Вимірювання густини розчину за допомогою ареометра.

Ареометр при опусканні не повинен зачіпати стінки циліндра, його не випускають із пальців доти, поки відмітка шкали очікуваної густини не виявиться на 3...5 мм вище рівня рідини й не з'явиться впевненість у тому, що ареометр плаває. Якщо його відпустити передчасно, то при швидкому зануренні в рідину він вдариться об дно циліндра й може розбитися. При зануренні ареометра рідина не повинна змочувати верхню трубку набагато вище відмітки вимірюваної густини. В іншому випадку показання ареометра будуть неточними. Занурений ареометр витримують у рідині 3–4 хв. для вирівнювання температур і визначають показання по нижньому краю меніска.

Якщо температура досліджуваної рідини помітно відрізняється від температури, зазначеної на ареометрі (20°C), у покази вводять поправку, знайдену зі співвідношення

$$\Delta\rho_t = \beta \cdot (t_0 - t) \cdot \rho,$$

де $\beta = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ 1/}^\circ\text{C}$; t_0 – температура, при якій був відкалібрований ареометр; t – температура рідини; ρ – знайдена густина рідини.

Ареометри після використання обмивають водою або етанолом. Вимиті ареометри висушують у сушильній шафі або в ексікаторі та зберігають у закритих посудинах.

Визначення густини за допомогою пікнометрів використовують, коли необхідні точні вимірювання.

Для визначення густини рідини проводять три зважування: порожнього пікнометра (m_1), пікнометра, заповненого чистою водою до певної відмітки (m_2), і пікнометра, заповненого досліджуваною рідиною до тієї ж відмітки (m_3). Перші два зважування дозволяють встановити дійсну ємність пікнометра, а перше й третє – масу досліджуваної рідини в об'ємі пікнометра.

Густина рідини ρ при температурі t дорівнює (при рівності температур води й рідини)

$$\rho_t = \rho_B \cdot \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1}$$

де ρ_B – густина дистильованої води при температурі t .

Густину рідини визначають у такий спосіб. Вимитий і просушений пікнометр зважують на аналітичних терезах, потім заповнюють його свіжою дистильованою водою до рівня трохи вище мітки й витримують у термостаті при 20°C. Коли температура води в пікнометрі, а отже, і її рівень перестануть змінюватися, надлишок води над міткою видаляють або за допомогою піпетки з капілярним кінцем, або смужкою фільтрувального паперу. Після

цього пікнометр закривають корком й ретельно обтирають ззовні шматком лляної або батистової тканини, яка не залишає на поверхні пікнометра волокон, дають йому можливість прийняти температуру навколишнього повітря й зважують. Цю операцію повторюють 2–3 рази й знаходять середнє значення маси.

Аналогічно зважують пікнометр із досліджуваною рідиною, попередньо висушивши його. При точних вимірюваннях досліджувану рідину до термостатування нагрівають до кипіння, щоб видалити розчинене у ній повітря, охолоджують до кімнатної температури й тільки після цього заливають у пікнометр.

Щоб визначити за допомогою пікнометра густину твердої речовини, проводять три зважування: досліджуваної речовини на повітрі (m), пікнометра, наповненого чистою водою або іншою рідиною з відомою густиною, з якою тверда речовина не взаємодіє (m_1), і пікнометра, наповненого тією же рідиною із зануреною у неї досліджуваною речовиною (m_2). Густину твердої речовини ρ знаходять зі співвідношення:

$$\rho_t = \rho_p \cdot \frac{m}{m - (m_2 - m_1)}$$

де ρ_p – густина допоміжної рідини при температурі t .

Допоміжна рідина не повинна реагувати з твердою речовиною, повинна мати низький тиск пари, змочувати тверду речовину і стінки пікнометра, а її густина не повинна бути вище густини твердої речовини. Як таку рідину застосовують толуол, ксилол, бензен, бензин, етанол і інші органічні рідини. Вибір рідини багато в чому визначає значення похибки при визначенні густини твердої речовини. Густину допоміжної рідини встановлюють одним з відомих способів.

Уточнення концентрації розчину методом титрування

Визначити точну концентрацію лугу чи кислоти можна використовуючи метод кислотно–основного титрування (іноді називають методом нейтралізації). Як робочі титровані розчини застосовують стандартні розчини кислот і лугів. Цим методом визначають концентрацію кислот, лугів, солей слабких кислот і слабких основ, а іноді речовин, які реагують з такими солями. Можна роздільно визначати компоненти, які мають різні кислотно–основні властивості, у їх суміші. В основі титриметричного методу аналізу лежить **закон еквівалентів**: речовини взаємодіють одна з одною в кількостях, що відповідають їх хімічним еквівалентам, тобто

$$n_1 = n_2, \text{ або } C_1V_1 = C_2V_2,$$

де n – кількість еквівалентів реагуючої речовини; C – молярна концентрація еквівалента речовини (нормальна) в одному із змішуваних розчинів; V – об'єм розчину, що взятий для титрування або пішов на титрування. Індокси 1 і 2 відносяться до титрованого розчину (титранту) та розчину, концентрацію якого необхідно визначити.

Метод нейтралізації дозволяє кількісно визначати кислоти (за допомогою титрованих розчинів лугів), основи (за допомогою титрованих

розчинів кислот) та інші речовини, що реагують у стехіометричних співвідношеннях з кислотами та основами у водних розчинах.

У випадку титрування розчинів можливо два варіанти проведення процесу:

1) пряме титрування – аліквоту (об'єм, відібраний для аналізу) аналізованого розчину титрують стандартним розчином;

2) зворотне титрування – до аліквоти аналізованого розчину додають відому надлишкову кількість стандартного розчину і відтитровують надлишок іншим стандартним розчином. Наприклад, у випадку титрування концентрованого розчину аміаку до аліквоти додають певну кількість стандартного розчину HCl , а потім її надлишок відтитровують стандартним розчином NaOH .

Точне встановлення точки еквівалентності, тобто того моменту, коли кількість доданого реактиву стане еквівалентною кількості речовини, що з ним реагує, має дуже важливе значення в об'ємному аналізі взагалі та в методі нейтралізації зокрема. Практично момент еквівалентності (точку еквівалентності) встановлюють індикаторним методом за зміною забарвлення індикатора, 1–2 краплі якого додають в аналізований розчин.

Індикатори, які застосовують в методі кислотно-основного титрування, являють собою органічні барвники, які мають різне забарвлення в кислому та лужному середовищі. Ці зміни забарвлення залежать від рН розчину. Область значень рН, в якій відбувається зміна кольору індикатора, називають інтервалом переходу індикатора. До найбільш поширених індикаторів належать метиловий оранжевий та фенолфталеїн.

Метиловий оранжевий відноситься до двохколірових індикаторів: в кислому середовищі він має червоне забарвлення, а в лужному – жовто-помаранчеве. Інтервал переходу для нього лежить в діапазоні рН 3,1 – 4,4. Метиловий оранжевий застосовується для визначення концентрації сильних кислот при їх титруванні лугами.

На відміну від метилового оранжевого фенолфталеїн є одноколіровим індикатором: в кислих розчинах він безбарвний, а в лужних набуває малинового забарвлення. Фенолфталеїн найбільш часто застосовують при титруванні сильних основ кислотами (при визначенні концентрації лугу), інтервал переходу лежить в діапазоні рН 8,0 – 10,0.

Порядок визначення концентрації кислоти або лугу методом титрування:

1. Відбирають аліквоту розчину, концентрацію якого хочуть визначити, та переносять її до конічної колби. Об'єм аліквоти зазвичай складає 1, 2 або 5 cm^3 , при цьому якщо очікувана концентрація в аналізованому розчині більш ніж у 10 разів перевищує концентрацію титранту (зазвичай 0,1 моль/ dm^3), то спочатку необхідно розвести аналізований розчин в мірній колбі в 10 або 100 разів, і відібрати аліквоту вже з розведеного розчину.

2. Додати до аліквоти індикатор – метиловий оранжевий при визначенні концентрації кислоти або фенолфталеїн при визначенні концентрації лугу, та титрувати стандартним розчином лугу або кислоти відповідно, фіксуючи об'єм титранту.

Кінець титрування (еквівалентну точку) визначають по зміні забарвлення розчину від додавання одної краплі стандартного розчину.

3. Титрування повторюють декілька разів, щонайменше тричі, поки об'єми титранту не будуть відрізнятися менш, ніж на 0,1 см³.

4. Розрахувати середній об'єм лугу або кислоти, що пішов на титрування.

5. Розрахувати концентрацію кислоти або лугу у вихідному аналізованому розчині, використовуючи рівняння реакції при титруванні та закон еквівалентів.

Методика виконання роботи

В роботі для аналізу використовують розчини, приготовлені на попередньому лабораторному занятті.

Уточнити концентрацію отриманих розчинів можна або методом кислотно-основного титрування, або використовуючи довідкові дані про залежність густини розчину від концентрації. В свою чергу, густину розчину визначають ареометричним та пікнометричним методами згідно із методиками, викладеними вище. Результати визначення густини наводять у таблиці 1.

Таблиця 1.

Результати визначення густини розчину

Розчин	Значення ρ , г/см ³		
	табличне	ареометричний метод $\rho_{\text{ареом}}$	пікнометричний метод $\rho_{\text{пiкн}}$

Використовуючи значення густини розчину з довідкової літератури, визначають точну концентрацію отриманого розчину та розраховують відносну похибку значення отриманої концентрації:

$$\delta = \frac{|C_{\text{експ}} - C_m|}{C_m} \cdot 100\%$$

Кінцеві результати заносять до таблиці 2.

Таблиця 2.

Результати експерименту

Походження величини	Розчин 1		Розчин 1	
	C_n , моль/дм ³	δ , %	C_n , моль/дм ³	δ , %
очікувана				
уточнена титруванням				
з величини $\rho_{\text{ареом}}$				
з величини $\rho_{\text{пiкн}}$				

Приклади завдань

Завдання 1. Уточнити концентрацію приготовлених розчинів, виходячи з густини, визначеної ареометричним та пікнометричним методами.

Завдання 2. Уточнити концентрацію приготовленого розчину кислоти (лугу) титруванням.

Питання для самоконтролю

1. Що таке густина розчину? Назвіть одиниці вимірювання густини та їх взаємний перерахунок.
2. Опишіть основні методи визначення густини рідких та твердих речовин.
3. Що таке ареометр (денсиметр)? Опишіть його конструкцію.
4. Опишіть порядок роботи з ареометром.
5. Опишіть методику визначення густини рідин ареометричним методом.
6. Що таке пікнометр? Опишіть методику визначення густини пікнометричним методом.
7. Наведіть формулювання закону еквівалентів.
8. Що таке кислотно-основне титрування?
9. Що називають аліквотою розчину?
10. Опишіть методику визначення концентрації лугу чи кислоти методом титрування.

Лабораторна робота № 5

Приготування індикаторів, іменних розчинів, буферних сумішей, розчинів з фіксаналів

Мета роботи: оволодіти навичками приготування розчинів.

Обладнання та реактиви: дистильована вода; терези електронні WSP 210/c/1; неградуйовані циліндри 250 см³; піпетки Мора та градуйовані; стандартні розчини 0,1 н HCl, 0,1 н NaOH; сухі індикатори метилоранж, фенолфталеїн та інші; мірні колби 100, 250 см³; фіксанали.

Теоретичні відомості

Індикатори

Для швидкого і наближеного визначення рН розчинів користуються **індикаторами** – складними органічними речовинами, які за хімічною природою є слабкими кислотами чи основами, які змінюють забарвлення в залежності від значення рН середовища. Розрізняють двоколірні (наприклад, лакмус, метиловий оранжевий) та одноколірні (фенолфталеїн) індикатори. Різниця в їхньому забарвленні залежить від того, знаходиться індикатор у молекулярній чи іонізованій формі. Інтервал між двома значеннями рН, в межах якого існують обидві форми індикатора, називають *інтервалом переходу забарвлення індикатора*. Для більшості кислотно-основних індикаторів інтервал переходу знаходиться в межах однієї чи двох одиниць рН.

Для приблизного визначення рН з точністю до 1 можна користуватися універсальними індикаторами, які є сумішшю декількох (частіш за все 5-6)

індикаторів з різними інтервалами переходів. Спосіб приготування індикаторів наведено в довідниках. Там же вказано інтервали переходу змішаних індикаторів і відповідне їм забарвлення. Для деяких універсальних індикаторів число таких переходів, а відповідно, і різних кольорів може досягати 12, охоплюючи практично всю шкалу рН.

Буферні розчини

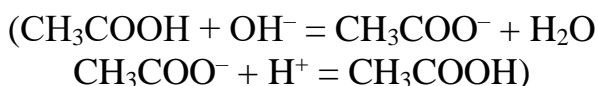
Щоб процес відбувався при сталому значенні рН, у розчин вводять так звані **буферні суміші**, які здатні зв'язувати йони H^+ або OH^- і підтримувати значення рН незмінним.

Буферні розчини – це суміші концентрованих розчинів слабкої кислоти чи основи та її солі, утвореної сильною основою (кислотою).

До буферних систем належать суміші, що містять:

- слабку кислоту (донора протонів) і сіль цієї кислоти, утворену сильною основою, (акцептор протонів), наприклад, *ацетатний буфер* ($CH_3COOH + CH_3COONa$), *гідрогенкарбонатний буфер* ($H_2CO_3 + NaHCO_3$);
- слабку основу і сіль цієї основи, утворену сильною кислотою, наприклад *амонійний буфер* ($NH_4OH + NH_4Cl$);
- солі багатоосновних кислот, наприклад *фосфатний буфер* ($Na_2HPO_4 + NaH_2PO_4$), *карбонатний буфер* ($Na_2CO_3 + NaHCO_3$);
- сильну або слабку кислоту (кислотний компонент) і гліцин або луг (основний компонент).

При введенні до буферної суміші розчину сильної кислоти чи основи змінюється концентрація слабкої кислоти чи основи, проте рН розчину практично не змінюється.



Розведення розчину не впливає на його рН, оскільки рН залежить лише від співвідношення концентрацій солі та кислоти і не залежить від ступеня розведення:

$$pH = pK_{\text{кисл}} + \lg \frac{C_{\text{солі}}}{C_{\text{кисл}}}$$

Для лужного буферного розчину

$$pH = 14 - pK_{\text{осн}} - \lg \frac{C_{\text{солі}}}{C_{\text{осн}}}$$

Найважливішою характеристикою буферних розчинів є їх *буферна ємність* – кількість кислоти чи лугу, яку треба додати до 1 л буферного розчину, щоб змінити його рН на одиницю. Максимальну ємність мають розчини з однаковими концентраціями кислоти (основи) та солі.

Приготування розчинів з фіксаналів

Фіксанали чи стандарт-титри – це приготовлені і запаяні в скляних ампулах точно відважені кількості реактиву, які необхідні для приготування 1л 0,1н або 0,01н розчинів. Фіксанали продаються по 10 ампул у коробці. На

кожній ампулі є напис, який вказує, яка речовина або розчин знаходиться в ампулі, і кількість речовини (0,1 або 0,01 еквівалент речовини).

Випускають фіксанали: HCl , H_2SO_4 , NaOH , KOH , Na_2CO_3 , K_2CO_3 , NaCl , NH_4Cl , KCl , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, KMnO_4 , AgNO_3 , NH_4SCN , KSCN , NaSCN , $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, I_2 і т.д.

Фіксанали рекомендується застосовувати, коли необхідно швидко приготувати точний робочий розчин.

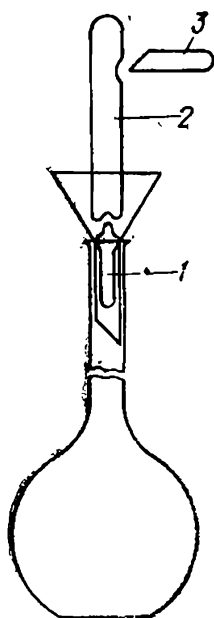


Рис. 7. Прилад для приготування розчинів фіксаналів: 1 – бойок, 2 – ампула, 3 – паличка для пробивання

Для приготування стандартного розчину спочатку теплою водою змивають напис на ампулі і добре витирають її. У мірну колбу місткістю 1л вставляють спеціальну лійку з вкладеним в неї скляним бойком (бойок є в кожній коробці фіксаналів), гострий кінець якого напрямлений вгору. Якщо спеціальної лійки нема, то можна використовувати і звичайну хімічну. Бойком розбивають тонке дно ампули. Потім пробивають бокове заглиблення ампули і дають вмісту ампули витекти або висипатися. Не змінюючи положення ампули, її промивають дистильованою водою з промивалки. Для промивання ампули рекомендується використати шестикратну кількість води (по об'єму ампули). Промивши ампулу, її викидають, а до розчину доливають дистильовану воду до мітки, закривають колбу корком і струшують (рис. 7).

При використанні фіксаналу 0,1 н йоду попередньо в колбу додають 30–40 г KI для повного розчинення йоду.

Ампули з фіксаналами твердих речовин відкривають так само, як і у попередньому випадку, однак лійка має бути сухою. Коли ампула розбита, її вміст акуратно висипають в колбу, а потім ампулу та лійку ретельно промивають дистильованою водою.

Іменні реактиви

Деякі реактиви використовуються для встановлення наявності в розчині тієї чи іншої речовини, що, як правило, є якісною реакцією на функціональну групу певного класу речовин. Найчастіше такі реактиви використовуються в органічній хімії і мають власну назву (наприклад, реактив Гріса, реактив Фоля, реактив Неслера, натронне вапно, молібденовий реактив, алізарин тощо). Склад таких реактивів та методику їх приготування можна знайти у відповідній хімічній літературі.

Методика виконання роботи

Дослід 1. Приготування індикаторів

а) Використовуючи довідникові дані, приготувати 100 мл розчину кислотного-основного індикатора (лакмус, метиловий червоний, фенолфталеїн, метиловий оранжевий).

Перевірити приготовані індикатори на зміну забарвлення, для чого в пробірки помістити: в першу – 1 мл хлоридної кислоти, в другу – 1 мл дистильованої води, в третю – 1 мл розчину натрій гідроксиду. В кожному з пробірок додати декілька крапель розчину метилового оранжевого. Повторити дослід з іншими індикаторами (метиловим червоним, лакмусом, фенолфталеїном).

Записати спостереження про зміну забарвлення індикаторів у різних середовищах у таблицю 1.

Таблиця 1

Індикатор	рН в області переходу	Колір індикатора		
		Кислотна форма (HCl)	Нейтральна форма (H ₂ O)	Лужна форма (NaOH)
Метиловий оранжевий				
Метиловий червоний				
Лакмус				
Фенолфталеїн				

б) Визначити рН виданого розчину за допомогою універсального індикатора. Для цього до виданого розчину додати декілька крапель індикатора і, використовуючи таблицю 2 зміни його забарвлення, визначити рН досліджуваного розчину.

Таблиця 2

рН	Забарвлення універсального індикатора
рН≤4	червоний
рН=5	оранжевий
рН=6	жовтий
рН=7	зелений
рН=8	синій
рН=9	синьо-фіолетовий
рН≥10	фіолетовий

Змінюючи рН розчину за допомогою 0,1 н розчину хлоридної кислоти та 0,1 н розчину натрій гідроксиду перевірити забарвлення універсального індикатора при різних значеннях рН.

Дослід 2. Приготування буферних розчинів

Використовуючи довідникові дані приготувати буферний розчин із заданим значенням рН. Встановити рН приготованого розчину за допомогою універсального індикатора. Перевірити вплив на буферну суміш розчинів лугу та кислоти невеликої концентрації (~0,1 н) та більш концентрованих (~1 н).

Дослід 3. Приготування іменних розчинів.

Приготувати реактив, що має власну назву, із запропонованого списку та перевірити його за допомогою якісної реакції з відповідною речовиною.

Список реактивів: реактив Фоля, реактив Ніландера, реактив Селіванова, реактив Фелінга, реактив Барфедда, реактив Гайнеса, реактив Люголя, реактив Чугаєва, реактив Неслера, натронне вапно, молібденовий реактив, алізарин та інші.

Дослід 4. Приготування розчинів з фіксаналів.

З виданого фіксаналу приготувати розчин згідно з наведеної вище методики.

ТЕМА 3. ОЧИЩЕННЯ ТА РОЗДІЛЕННЯ РЕЧОВИН

Лабораторна робота № 6–7

Методи очищення та розділення неорганічних речовин

Мета роботи: оволодіти навичками виконання операцій очищення та розділення речовин методами перекристалізації, сублімації, дистиляції тощо.

Обладнання та реактиви: дистильована вода; терези електронні WSP 210/c/1; неградуйовані циліндри 250 см³; скляні лійки; лійка для гарячого фільтрування; лійка Бюхнера; колба Бунзена; колба В'юрца; зворотній холодильник; термометр; порцелянова чашка; ділільна лійка.

Теоретичні відомості

Хімічними реактивами називають речовини, які використовують для проведення хімічних реакцій і застосовують для аналізу і синтезу речовин.

Хімічні реактиви в залежності від ступеня чистоти класифікують на технічні (т.), чисті (ч.), чисті для аналізу (ч.д.а.), хімічно чисті (х.ч.), високоеталонно чисті (в.е.ч.), особливо чисті (ос.ч.). Кількість домішок регламентується Держстандартами (ДСТ), технічними умовами (ТУ) або статтями Державної Фармакопеї (ДФ). Звичайно, у практиці хімічного аналізу використовують реактиви кваліфікації ч.д.а. і х.ч.

Найчастіше в лабораторній практиці доводиться очищати різні розчинні солі. Для цього застосовується їх ***перекристалізація***. При перекристалізації готується гарячий насичений (або близький до насиченого) розчин даного реактиву. При охолодженні розчину внаслідок зниження розчинності виділяються кристали речовини, яку очищують. Домішки залишаються в розчині, так як розчин є насиченим тільки відносно очищеної речовини.

При перекристалізації речовин, розчинність яких мало змінюється зі зміною температури, застосовується **висолювання**. До розчину таких речовин додають реактив, який знижує його розчинність і сприяє кристалізації. Наприклад, при перекристалізації натрій хлориду додають хлоридну кислоту.

Деякі тверді речовини (наприклад, йод) мають здатність при нагріванні, не плавлячись, переходити в газоподібний стан. Це явище називається **сублімацією**, або **возгонкою**. Сублімація застосовується для очищення речовин від нелетких домішок. **Десублімація** – процес кристалізації твердої фази з пари, минуючи рідкий стан.

Возгонку застосовують для додаткової очистки невеликих кількостей речовини від малолетких домішок. Важливою перевагою сублімації у порівнянні з кристалізацією тієї ж речовини з розчину є виключення з процесу очистки розчинника. Цим методом можна очистити йод, амоній хлорид, сірку і ін.

Одним з найважливіших методів очищення рідин є **перегонка** чи **дистиляція**. При перегонці рідину шляхом нагрівання переводять в пароподібний стан, потім знову конденсують, тобто, перетворюють в рідину. При цьому всі тверді домішки і більш високо киплячі рідкі домішки залишаються в колбі, а більш низько киплячі домішки відганяються раніше основної рідини. Перегонкою очищують воду (дистильована вода) та інші рідини.

Зібравши прилад для перегонки (рис. 8), ретельно перевіряють, чи добре підібрані корки і чи правильно вставлено термометр.

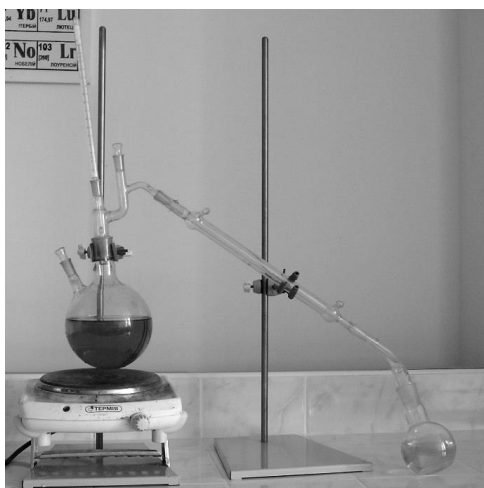


Рис. 8. Прилад для перегонки.

У колбу В'юрца вставляють лійку з довгою трубкою і акуратно наливають рідину, що підлягає перегонці, кинувши в неї кілька капілярів з одним запаяним кінцем (запаяний кінець повинен знаходитися над рідиною), це необхідно для рівномірного кипіння. Закривають горло колби корком з термометром. Після цього підставляють приймач для дистиляту і починають нагрівати. При перегонці необхідно уважно стежити, щоб рідина кипіла рівномірно і не вирувало. Перегонка не повинна проходити дуже швидко.

Як тільки рідина закипить, уважно стежать за показаннями термометра. Перша невелика порція дистиляту – це домішки. Коли показання термометра будуть відповідати температурі кипіння речовини, що переганяється, підставляють інший приймач, куди збирають перегану речовину. Перегонку закінчують тоді, коли в колбі В'юрца залишається ще невелика кількість рідини. Переганяти досуха забороняється.

Екстракція – процес розділення суміші твердих чи рідких речовин за допомогою вибіркового розчинника (екстрагентів). Фізична суть екстракції полягає в переході речовини, що екстрагується, з рідкої чи твердої фази у фазу рідкого екстрагента при їх взаємному стиканні.

Екстракція органічними розчинниками – один з найефективніших та універсальних методів розділення, концентрування та очистки речовин.

У найпростішому випадку для екстракції розчиненої речовини з води до водного розчину додають органічний розчинник (*екстрагент*), який практично не змішується з водою. Суміш збовтують для прискорення розподілу розчинених речовин між двома рідинами. Після встановлення міжфазної рівноваги, яка досягається після збовтування протягом 2–5 хв, збовтування припиняють, і рідкі фази знову розшаровуються.

При екстракції в ділильній лійці нижній шар рідини можна акуратно злити і таким чином розділити дві розчинені речовини. Якщо густина екстрагента більша густини води, то він утворює нижній шар, якщо менша, то верхній.

Допустимо, що вихідний водний розчин містить дві розчинені речовини А і Б. Якщо спорідненість органічного розчинника до однієї з них набагато більша, спорідненість до неї води, то ця речовина повністю чи майже повністю перейде з водної фази в органічну. Розподіл розчиненої речовини між двома рідкими фазами визначається законом розподілу Нернста: співвідношення концентрацій речовини, яка розчинена в двох розчинниках, які не змішуються між собою, за певної температури – величина постійна – **концентраційний коефіцієнт розподілу R:**

$$R = [A]_{орг} / [A]_{води}$$

Якщо різниця R речовин, що екстрагуються, досить велика, то їх можна розділити одноразовою екстракцією. У протилежному випадку використовують багаторазову просту чи дробну екстракцію.

На відміну від інших методів очищення та розділення екстракція з водних розчинів органічними розчинниками найчастіше здійснюється при невисоких температурах, а інколи і при охолодженні, що дуже зручно при роботі з термічно нестійкими речовинами.

Найпростіший спосіб екстракції – струшування розчину речовини в одному розчиннику з іншим розчинником, який не змішується з першим. Розчинник, який є екстрагентом, повинен краще розчиняти речовину, яку екстрагують, ніж розчинник, з якої вона видалається.

При екстракції в ділильній лійці змішують водний розчин речовини (~1/2 об'єму лійки) з екстрагентом (1/5 – 1/3 об'єму). лійку закривають корком і енергійно струшують протягом кількох секунд, притримуючи верхній корок однією рукою, а кран на спусковій трубці – іншою. Потім ділильну лійку перевертають краном вгору, обережно відкривають кран і випускають газ, що утворився. Після закінчення струшування ділильну лійку закріплюють в штативі, відкривають корок і дають рідинам повністю розділитися. Потім відкривають кран і зливають нижній шар рідини.

Класифікація екстракційних процесів

- періодична екстракція, в процесі якої речовина, яка екстрагується, вилучається шляхом струшування в ділильній лійці з екстрагентом;
- неперервна екстракція, яка здійснюється в спеціальних приладах.

Типи екстракційних систем

Сполуки, які екстрагуються органічними розчинниками і переходять в органічну фазу, поділяють на декілька груп:

1. Галогеніди, які характеризуються наявністю ковалентного зв'язку: HgCl_2 , HgI_2 , SbI_3 , AsBr_3 , GeCl_4 , йод і т. д.
2. Внутрішньокмплесні солі: дитіазонати, дитіокарбамати, оксихінолінати, оксини, β -дикетонати, а також ди-(2-етилгексил)-фосфати актиноїдів, рідкісноземельних та деяких інших елементів, та ін.
3. Кмплесні металоокислоти: HFeCl_4 , HInBr_4 , HSbCl_6 та ін.
4. Гетерополісполуки: Фосфору, Арсену, Силіцію, Ванадію, Молібдену, Вольфраму і т. д.

Екстракцію проводять для розділення елементів, концентрування домішок, очистку основного компоненту від домішок в процесі отримання лікарських речовин, для ідентифікації та кількісного визначення діючих речовин чи речовин-маркерів в процесі аналізу лікарських препаратів рослинного походження, підвищення чутливості і селективності реакцій, отримання екстрактів, настоянок, ферментних препаратів, антибіотиків.

Для відокремлення нерозчинних речовин від розчину застосовують **декантацію** або **фільтрування**. **Декантація** полягає в тому, що розчину дають відстоятися, а потім обережно зливають рідину з осаду. Цей метод застосовують у тих випадках, коли осад добре осідає, а розчин непотрібний. Для **фільтрування** звичайно користуються фільтрувальним папером, який вільно пропускає воду або інші рідини і затримує нерозчинні часточки. Рідину, яка пройшла крізь фільтр, називають **фільтратом**.

Фільтрувальний папір розрізняють за густиною (проникність) і маркують кольором пакувальної стручки. Чорною стрічкою відмічений папір невисокої густини; його використовують для швидкого фільтрування рихлих осадів (гідроксидів, кремнієвої кислоти). Дрібнодисперсні осаді (сульфат барію і ін.) частково проходять через такий фільтр. Рожевою стрічкою маркують папір невисокої густини. За властивостями вона нагадує папір з чорною стрічкою. Білою стрічкою – папір середньої густини; його застосовують для фільтрування осадів середньої дисперсності. Синьою стрічкою – щільний папір; його використовують для фільтрування дрібнодисперсних кристалічних осадів типу сульфату барію.

Фільтрування за звичайного тиску проходить за рахунок гідростатичного тиску рідини, яка знаходиться на фільтрі. Щоб прискорити процес, під фільтром створюють вакуум. Але слизуваті осаді при цьому ущільнюються і часто забивають пори паперу, що сповільнює і навіть призупиняє фільтрування. При сильному відсмоктуванні в ущільненому осаді можуть утворитися тріщини, через які стікає промивна рідина. У такому разі осад обережно перемішують скляною паличкою або лопаточкою.

Під час фільтрування під вакуумом може розриватися фільтр, особливо якщо осад щільний і важкий. У таких випадках використовують лійку

Бюхнера; наявність отворів полегшує прохід рідини через фільтр. Для фільтрування концентрованих кислот і лугів зручно використовувати скляні фільтри з пластинкою із пресованого і спеченого порошкоподібного скла. Фільтри після роботи промивають, пропускають рідину через лійку у зворотному напрямку.

У випадках, коли рідини чи розчини мають велику в'язкість, фільтрування здійснюють при нагріванні (цією властивістю користуються при перекристалізації). Фільтрування при нагріванні можна здійснювати як при нормальному тиску, так і при підвищеному. Для фільтрування з нагріванням при звичайному атмосферному тиску використовують лійки для гарячого фільтрування.

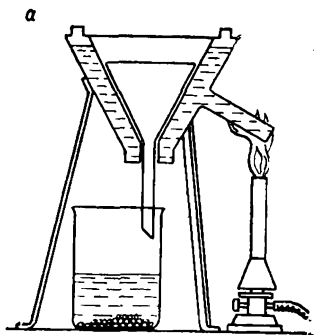


Рис. 9. Лійка для гарячого фільтрування

Вони являють собою двохстінну мідну лійку, яка має бічний відросток. Лійка закріплюється на ніжках чи тринозі. Між стінками лійки наливають воду через отвір, що є у верхній частині лійки. При роботі у лійку для гарячого фільтрування вставляють скляну лійку із складчастим фільтром і потім нагрівають на пальнику бічний відросток, доки не закипить чи не нагріється до потрібної температури вода (рис. 9).

Речовини, які мають низьку стійкість при кімнатній температурі (деякі пероксидні сполуки), а також низьку температуру плавлення (кристалогідрати), фільтрують при понижених температурах. Для цієї цілі можна використати лійку для гарячого фільтрування, у яку заливають крижану воду або якийсь охолоджений розчин (наприклад, розчин амоній нітрату), або спеціальну лійку, яка має подвійні стінки, між якими пропускають холодну воду.

Методика виконання роботи

Дослід 1. Очищення випарюванням

Розчинити у хімічному стакані в 50 мл гарячої води 10 г забрудненого натрій хлориду. Розчин нагріти до кипіння і очистити декантацією від нерозчинних домішок, а потім у порцеляновій чашці на азбестовій сітці упарити до 1/3 початкового об'єму. Утворені кристали натрій хлориду відфільтрувати на лійці Бюхнера під зниженим тиском і висушити на повітрі.

За допомогою барій хлориду перевірити очищений продукт на наявність домішок купрум сульфату.

Дослід 2. Очищення натрій хлориду висолюванням

Приготувати насичений розчин натрій хлориду. Для цього на терезах зважити 40 г кухонної солі, розтерти її в ступці та висипати в стакан. Додавши 100 мл дистильованої води, поставити стакан на кільце штатива на азбестову сітку. Нагріти розчин до кипіння і профільтрувати його через

складчастий фільтр в чистий стакан. Відміряти циліндром 50 мл концентрованої хлоридної кислоти. Стакан з теплим насиченим розчином кухонної солі перенести й витягну шафу і повільно невеликими порціями додавати в нього концентровану хлоридну кислоту при неперервному перемішуванні скляною паличкою. Після охолодження розчину до кімнатної температури відфільтрувати отримані кристали на лійці Бюхнера, перенести їх в фарфорову чашку і висушити в сушильній шафі при 110°C. Описати пророблені дії. Відмітити пониження розчинності натрій хлориду при додаванні концентрованої хлоридної кислоти. Чи буде спостерігатися пониження розчинності при пропусканні газоподібного гідрогенхлориду в насичений розчин натрій хлориду?

Дослід 3. Очищення перекристалізацією

Одержавши у викладача індивідуальне завдання (наприклад, приготувати 5 г перекристалізованого калій нітрату з суміші, яка містить 98% калій нітрату і 2% купрум сульфату) визначити температуру, при якій передбачається проводити кристалізацію. За таблицею розчинності солі обчислити, яку кількість технічної солі потрібно взяти, щоб приготувати з неї певну кількість очищеного продукту. Обчислити об'єм води.

Відважити потрібну кількість солі і помістити її в стакан з відміряною кількістю води. Приготувати лійку для гарячого фільтрування. Нагріти розчин до потрібної температури і швидко профільтрувати.

Профільтрований розчин з утвореними кристалами нагріти до розчинення кристалів, а потім швидко охолодити під краном водою при інтенсивному перемішуванні розчину, щоб утворилися дрібні кристали.

Після цього перенести стакан з розчином у водяну баню, температура якої дорівнює температурі кристалізації, і залишити його на 10-15 хв. Коли процес кристалізації закінчиться і розчин набуде температури ванни, відфільтрувати отримані кристали.

Розчинити кілька кристаликів очищеної солі в 2-3 мл води і додати розчин барій хлориду. Проробити те саме, взявши замість очищеної вихідну технічну сіль. Порівняти отримані результати.

Дослід 4. Очищення водопровідної води методом дистиляції (перегонки) і встановлення температури її кипіння

Зібрати прилад для перегонки, налити в колбу В'юрца водопровідної води 1/2 об'єму колби, підвести воду в холодильник і ввімкнути нагрівальний прилад. Після того, як вода закипить, відмітити по термометру температуру кипіння. Декілька крапель дистиляту випарувати на чистому склі. Те ж зробити з водопровідною водою і зробити висновки про наявність солей в дистильованій і звичайній воді. Підписати елементи лабораторної установки для перегонки.

Дослід 5. Сублімація

На дно стакана помістити технічний йод, який потрібно очистити. Стакан накрити круглодонною колбою, що заповнена холодною водою, поставити на піщану баню і нагрівати. В стакані з'являються фіолетові пари, а на поверхні колби починають осідати голчасті кристали йоду. Перші кристалики йоду прилягають до поверхні колби не щільно, тому вони інколи падають назад на дно стакана. При подальшому нагріванні пари йоду набувають насиченого фіолетового кольору. В кінці сублімації пари йоду в стакані знебарвлюються, а на дні залишається невелика кількість нелетких домішок.

Дослід 6. Екстракція

У колбу на 100 мл наливають 5 мл розчину I_2 , туди ж додають 25 мл води і 25 мл органічного розчинника. Закривають колбу корком і інтенсивно струшують протягом 3 хв. Потім суміш переливають в ділильну лійку і через декілька хвилин відділяють водний шар від неводного.

Розділені в ділильній лійці органічний та водний шари переливають в окремі колби та відбирають проби для дослідження. Кожний з розчинів при досягненні рівноваги титрують по три рази і беруть середній результат.

Для титрування обох розчинів (водного і органічного) використовують 0,01 н розчин натрій тіосульфату. Водний розчин іоду титрують в присутності крохмалю, органічний – до зникнення фіолетового забарвлення. За результатами титрування визначають концентрацію іоду у водному та органічному шарі, а також коефіцієнт розподілу.

Дослід повторити з іншим органічним розчинником.

Питання для самоконтролю

1. Що називають хімічними реактивами?
2. Наведіть класифікацію хімічних реактивів.
3. Які відомі способи очищення та розділення речовин.
4. Що таке перекристалізація, висолювання?
5. Що таке возгонка?
6. У чому суть дистиляції?
7. На чому базується метод екстракції?
8. У чому полягає метод очищення речовин, який називається транспортними хімічними реакціями?
9. Що таке декантація?
10. Що таке фільтрування? Які види фільтрування вам відомі?

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Воскресенский П. И. Основы техники лабораторных работ. – М.: Госхимиздат, 1986. – 272 с.
2. Захаров Л. Н. Начала техники лабораторных работ / Под ред. Х.В. Бальянова. – Л. : Химия, 1981. – 191 с.
3. Захаров Л. Н. Техника безопасности в химических лабораториях: Справ. изд. – Л.: Химия, 1991. – 336 с.
4. Правдин П. В. Лабораторные приборы и оборудование из стекла и фарфора : Справ. изд. – М. : Химия, 1988. – 331 с.
5. Рачинский Ф. Ю., Рачинская М.Ф. Техника лабораторных работ. – Л.: Химия, 1982. – 432 с.
6. Степин Б. Д. Техника лабораторного эксперимента в химии. – М.: Химия, 1999. – 600 с.
7. Приборы электроизмерительные аналоговые с непосредственным отсчетом. Наносимые условные обозначения : ГОСТ 23217–78. – [Действует от 1980–01–01]. – М. : Издательство стандартов, 1993. – 19 с. – (Межгосударственный стандарт).
8. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (ISO 1024-83, 4788-80) : ГОСТ 1770–74. – [Действует от 1976–01–01]. – М. : Стандартиформ, 2006. – 12 с. – (Межгосударственный стандарт).
9. Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний (ISO 695-84, 719-85) : ГОСТ 21400–75. – [Действует от 2010–04–19]. – М. : Госстандарт СССР, 1991. – 7 с. – (Межгосударственный стандарт).

ДОДАТОК 1

ЗАГАЛЬНІ ПРАВИЛА РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ. ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ

На лабораторних заняттях в хімічній лабораторії використовуються невеликі кількості хімічних речовин, що знижує можливість нещасних випадків до мінімуму, але не виключає їх повністю. Тому кожен студент, який працює в хімічній лабораторії, повинен знати і суворо виконувати основні правила техніки безпеки.

1. Слід знати, де знаходяться засоби індивідуального захисту, аптечка, засоби для гасіння пожежі (вогнегасник, протипожежне полотно). Проходи для доступу до протипожежного обладнання та водопровідної раковини завжди повинні бути вільні, не заставлені ніякими предметами.

2. Забороняється заносити в лабораторію верхній одяг і тримати на лабораторному столі сторонні предмети (сумки, пакети і т. д.).

3. У лабораторії категорично забороняється їсти, пити воду і палити.

4. Перш ніж приступити до лабораторної роботи, студент повинен заздалегідь ознайомитися з порядком її проведення. Слід строго виконувати вказівки викладача по виконанню роботи. Забороняється проводити самостійні досліди, не передбачені даною лабораторною роботою.

5. При всіх роботах слід дотримуватися тиші, чистоти і порядку на робочому місці. Необхідно пам'ятати, що неакуратність, неухважність, а також недостатнє знайомство з властивостями речовин і роботою приладів можуть спричинити нещасний випадок. Не можна відволікатися від роботи і відволікати своїх однокурсників.

6. З будь-якою речовиною в лабораторії слід поводитись як з більш-менш отруйною. Забороняється пробувати на смак хімічні речовини. Нюхати хімічні речовини слід обережно, направляючи до себе газ або пар рухом руки.

7. Не можна проводити досліди в забрудненій посуді. Хімічний посуд слід ретельно мити відразу ж після досліду.

8. У піпетки рідину слід набирати за допомогою спеціального дозатора або гумової груші. Забороняється набирати рідини в піпетки ротом. Верхній отвір піпетки закривають вказівним пальцем. Рідина відміряють, тримаючи піпетку так, щоб мітка відповідала нижньому краю меніска і перебувала на рівні очей. Піпетку тримають вертикально. Після витікання рідини кінчиком піпетки торкаються до скляного судини. Не можна видувати рідину, що залишилася в піпетці.

9. Пробірки слід заповнювати реактивами на $\frac{1}{8}$ - $\frac{1}{4}$ об'єму. Реактиви перемішують, тримаючи пробірку великим, вказівним і середнім пальцями лівої руки і обережно вдаряють косим ковзаючим рухом по низу пробірки пальцем правої руки. Не можна закривати пробірку великим пальцем і перевертати її, так як при про веденні дослідів з їдкими речовинами можна травмувати шкіру руки.

10. Нагрівати реакційну суміш в пробірці слід поступово, направляючи отвір пробірки в сторону від себе і від працюючих поруч однокурсників, так

як внаслідок часткового перегріву можливо викидання суміші. Не можна нахилитися над колбою, що нагрівається.

11. Не можна залишати речовини в не підписаному посуді, користуватися реактивами з банок без етикеток або з сумнівними надписами.

12. Не можна плутати корки від банок з реактивами, висипати просипану речовину назад в банку з чистим реактивом, діставати речовини з банок брудним шпателем або ложечкою.

13. Все пролите, розбите або розкидане на робочих столах, меблях або підлозі слід негайно прибрати. Не дозволяється кидати в раковину папір, вату, скло від розбитого хімічного посуду, шматки металу. Забороняється виливати в раковину залишки кислот і лугів, легкозаймистих рідин. Для зливу таких речовин у витяжній шафі повинні знаходитися спеціальні посудини з кришками, що щільно закриваються, і відповідними етикетками: «Злив кислот», «Злив лугів», «Злив органіки».

14. Не можна залишати в лабораторії без нагляду ввімкнені електроприлади та палаючі спиртівки.

15. Про всі неполадки в роботі обладнання необхідно ставити до відома викладача. У разі відмови роботи вентиляції слід негайно припинити всі роботи зі шкідливими речовинами, газами і парами.

16. Після закінчення лабораторної роботи необхідно привести робоче місце в порядок.

17. Йдучи з лабораторії, слід перевірити, чи закриті крани водопровідної води, чи виключені електричні прилади, відключені рубильники електропостачання, чи закриті банки з реактивами корками, чи виключені освітлення і вентиляція.

2. ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ З КИСЛОТАМИ І ЛУГАМИ

1. Зберігати концентровані кислоти і луги слід у витяжній шафі в міцному посуді на піддоні. Великі бутлі з концентрованими кислотами і аміаком тримають в кошиках.

2. Всі роботи з концентрованими кислотами і лугами слід проводити в витяжній шафі.

3. Розведення кислот слід проводити в тонкостінному скляному або порцеляновому посуді, **при цьому кислоту слід доливати до води невеликими порціями**. Не можна доливати воду до концентрованої кислоти, так як в цьому випадку виділяється велика кількість теплоти. Вода, як менш густа речовина, закипає на поверхні кислоти, і рідина може бути викинута з посудини. Розливати кислоти слід обов'язково через лійку, захищаючи очі за допомогою захисних окулярів. Нахилити велику пляшку з концентрованою кислотою слід, піднявши її з підлоги удвох.

4. Не можна додавати концентровану сірчану кислоту в товстостінні скляні прилади (наприклад, апарат Кіппа).

5. Розбивання шматків гідроксидів натрію і калію слід проводити в спеціально відведеному місці, оберігаючи очі за допомогою захисних окулярів. При розчиненні шматки лугу можна брати тільки пінцетом або

шпателем, але не руками. Розчинення цих речовин слід проводити невеликими порціями.

6. Залишки кислот і лугів зливають в спеціальну пластмасову ємність, яка добре закривається і не б'ється.

3. ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ З БРОМОМ

У хімічній лабораторії як окисник застосовується бромна вода (насичений розчин Br_2 в воді). Пари бромоводню подразнюють слизові оболонки, рідкий бром викликає опіки шкіри, які важко загоюються. Тому при роботі з бромом слід берегти очі і руки, остерігатися вдихати його пари.

1. Зберігати бром слід тільки в товстостінному посуді з темного скла з щільно притертим корком в ящику з піском в витяжній шафі окремо від концентрованих кислот і аміаку.

2. Всі роботи з бромом слід проводити у витяжній шафі в гумових рукавичках і захисних окулярах.

3. Набирати бром в піпетку слід тільки за допомогою спеціального дозатора або гумової груші.

4. При наливанні бромоводню необхідно ретельно знімати краплю з горла склянки об край посудини, пам'ятаючи, що бром має виняткову здатність розтікатися.

5. Не слід вливати бром через лійку, яка щільно входить в посудини з вузьким горлом і утрудненим виходом повітря, щоб уникнути небезпеки викиду рідини зустрічним струменем пари або повітря.

6. Переносити склянки з бромом можна тільки в ємностях з піском.

4. ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ З ФЕНОЛОМ

Фенол (фенол, карболова кислота) являє собою безбарвні кристали, що рожевіють на світлі. Фенол - отрута, що паралізує нервові закінчення. Пил, розчини і пари фенолу подразнюють слизові оболонки дихальних шляхів і очей, шкіру.

1. Зберігати фенол слід в посуді з темного скла з щільно притертим корком у витяжній шафі.

2. Всі роботи з фенолом необхідно проводити в витяжній шафі в гумових рукавичках.

3. Плавити фенол можна, нагріваючи його на водяній бані.

4. При приготуванні 80%-го розчину розплавлений і трохи охолоджений фенол виливають в мірний циліндр і додають гарячої дистильованої води (співвідношення 4: 1).

5. ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ З МЕТАЛІЧНИМИ НАТРІЄМ І КАЛІЄМ

Лужні метали характеризуються високою хімічною активністю: енергійно взаємодіють з водою, киснем, галогенами і іншими хімічними речовинами.

1. Не можна допускати дотику лужних металів з водою і галогеновмісними сполуками (хлороформом, чотирихлористим вуглецем і ін.), щоб уникнути вибуху.

2. Зберігати металевий натрій і калій слід в товстостінному посуді з темного скла під шаром (1520 мм над металом) парафіну з трансформаторним маслом або зневодненого очищеного гасу в витяжній шафі. Банки з лужними металами зберігають в металевому ящику з піском на дні.

3. При роботі слід використовувати захисні окуляри, металевий натрій витягують з-під захисного шару пінцетом, залишки гасу прибирають фільтрувальним папером. Не можна брати метал руками. Різати метал необхідно на фільтрувальному папері сухим гострим ножом. Шматочки натрію поміщають тільки в абсолютно суху пробірку і відразу ж використовують для проведення досліду.

4. Дрібні шматочки натрію, посуд і фільтрувальний папір із залишками металу необхідно залити етиловим спиртом. Великі шматки натрію слід ретельно зібрати в банку з гасом.

5. Категорично забороняється викидати залишки металевих натрію і калію в раковину або відро для сміття, а також залишати їх в порожніх пробірках і колбах.

6. Для нагрівання реакційних сумішей, що містять лужні метали, необхідно користуватися тільки повітряними і піщаними банями. Не можна застосовувати водяні бані.

7. При випадковому попаданні металевого натрію у воду слід відбігти вбік, надіти захисні окуляри і в разі samozаймання гасити піском і протипожежною кошмою.

6. ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ З ГОРЮЧИМИ ТА ВИБУХОВИМИ ГАЗАМИ І ПАРАМИ

Найчастіше в практиці зустрічаються гази, що дають вибухові суміші з повітрям, – карбон монооксид, водень, ацетилен, пари бензину, метан, пари ефіру і ін. Під вибухом розуміють миттєве протікання реакції, що супроводжується виділенням тепла і газів, а також значним підвищенням тиску всередині посудини, що містить вибухову речовину (апарат, колба і т. д.). Різниця між горючою та вибуховою речовиною полягає в тому, що горючі речовини вимагають для свого горіння надходження кисню ззовні, тоді як вибухова речовина містить в собі все необхідне для миттєвого згорання.

1. Всі роботи з газами і парами, особливо отруйними, проводити слід у витяжній шафі. Не можна допускати одночасного проведення в шафах робіт із застосуванням відкритого вогню.

2. При складанні приладів для роботи з горючими газами і парами необхідно застосовувати запобіжні трубки з мідними сітками (для ацетилену – із залізними сітками).

3. Прилади для отримання газів повинні бути виготовлені з термічно і хімічно стійких сортів скла. З'єднання окремих частин приладів повинні бути

герметичні. По можливості слід уникати сполучень за допомогою гумових або пластмасових трубок.

4. Перед збиранням газу в газометр, бувший раніше у вживанні, слід вилити з нього всю воду і замінити свіжою, так як вода може містити розчинений газ.

5. У разі займання слід негайно погасити в лабораторії всі пальники, вимкнути електроприлади, припинити подачу електричного струму. Посудини з вогненебезпечними речовинами відставити убік. Полум'я слід гасити піском або протипожежною ковдрою.

7. ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ З ЛЕГКОЗАЙМИСТОЮ РІДИНОЮ

Легкозаймісті рідини (ЛЗР) здатні займатися від короткочасного джерела запалювання з низькою енергією, наприклад, полум'я сірника, іскри або розжареного електропроводу. До ЛЗР відносяться рідини з температурою спалаху, що не перевищує 61°C в закритому тиглі або 66°C у відкритому. ЛЗР ділять на особливо небезпечні (ацетон, діетиловий ефір, ізопентан), постійно небезпечні (толуол, бензол, етиловий спирт, діоксан) і небезпечні (уайтспірит, хлорбензол, скипидар).

1. Зберігати ЛЗР слід в металевих шафах в мінімально необхідних кількостях.

2. Роботи з ЛЗР слід проводити тільки у витяжній шафі подалі від вогню.

3. Забороняється нагрівати ЛЗР на відкритому вогні. Нагрівають ЛЗР на водяній бані або електричній плитці з закритою спіраллю, користуючись зворотним холодильником.

4. Переганяти ЛЗР слід в приладі з водяним холодильником. Не можна переганяти ЛЗР насухо, що може призвести до вибуху або пожежі. Перегінні прилади слід розбирати після видалення всіх джерел полум'я і повного охолодження колби.

5. При тривалих перегонках поверхня робочого столу може сильно нагріватися, щоб уникнути цих випадків слід покласти під прилади змочений водою азбест.

6. Не можна нахилитися над посудиною, в якій нагрівається ЛЗР, а також над посудиною, в яку наливається рідина, щоб уникнути попадання бризок в очі.

7. При переливанні великих кількостей ЛЗР слід враховувати ймовірність їх самозаймання від електризації струменя рідини. Нерідко спостерігається спалах бензину (особливо занесеного з холоду) при переливанні з однієї посудини в іншу, менш часто – самозаймання діетилового ефіру, ацетону та ін. При переливанні в цих випадках слід користуватися лійкою, з щільно закритою заглибленою в неї сіткою і вставленим провідником до самого дна посудини.

8. При випадковому розливі ЛЗР слід негайно погасити в лабораторії всі пальники, вимкнути електроприлади і припинити подачу електричного струму. Необхідно закрити двері, відкрити кватирки і вікна. Пролиту рідину слід зібрати ганчіркою або рушником, викручуючи їх над широкою

посудиною, потім з посудини перелити рідину в склянку з корком. Провітрювання приміщення припинити після повного зникнення запаху пролитої рідини.

9. Забороняється виливати ЛЗР в раковину.

10. У разі займання ЛЗР (наприклад, при розтріскування колби) слід негайно погасити в лабораторії всі пальники, вимкнути електроприлади, припинити подачу електричного струму. Посудини з вогнебезпечними речовинами відставити убік. Полум'я слід гасити піском або протипожежною ковдрою. Спирти та інші водорозчинні рідини можна заливати водою. Рідини, що не змішуються з водою (петролейний ефір, бензин, бензол, толуол та інші вуглеводні), гасити водою не можна. У разі необхідності слід скористатися вогнегасником. Якщо полум'я не вдається загасити самостійно, слід викликати пожежних.

11. При загорянні одягу не можна бігти, так як це посилює полум'я. Слід гасити полум'я обгортанням протипожежною ковдрою.

8. ОСОБЛИВОСТІ РОБОТИ З ДЕЯКИМИ ОРГАНІЧНИМИ РОЗЧИННИКАМИ

Органічні розчинники служать середовищем для проведення багатьох реакцій як в органічній, так і в неорганічній хімії. Застосовувані розчинники повинні бути чистими з кваліфікацією ч.д.а. (Чисті для аналізу) або х.ч. (Хімічно чисті). Органічні розчинники є рідкими продуктами, що відносяться до різних класів органічних сполук – вуглеводнів, простих і складних ефірів, спиртів та ін.

1. Аліфатичні вуглеводні (пентан, гексан, гептан, ізооктан, октан, петролейний ефір) є легкозаймистими рідинами. Особливо небезпечні в пожежному відношенні пентан, гексан і петролейний ефір. Вони мають низьку температуру загорання і утворюють з повітрям вибухонебезпечні суміші. Пари аліфатичних вуглеводнів мають легку наркотичну дію, у високій концентрації небезпечні для здоров'я.

2. Аліциклічні вуглеводні (циклогексан, декалін) за властивостями близькі до аліфатичних.

3. Ароматичні вуглеводні являють собою безбарвні рідини з характерним запахом. Бензол, толуол і ксилол відносяться до легкозаймистих, а тетралін – до горючих рідин. Бензол є одним з найбільш небезпечних для здоров'я розчинників. Він надходить в організм головним чином при вдиханні парів, але здатний проникати і через неушкоджену шкіру. Діє як сильна отрута. Найбільш яскраво виражені зміни в кровотворній системі, причому наслідки отруєння бензолом проявляються іноді через кілька років. Толуол і ксилол діють аналогічно бензолу, але внаслідок їх меншої летючості робота з ними менш небезпечна. Тетралін не відноситься до сильних отрут, діє як слабкий наркотик. При використанні ароматичних вуглеводнів необхідно дотримуватися особливих застережних заходів – працювати тільки при хорошій вентиляції, не допускати попадання парів в атмосферу.

4. Хлорпохідні вуглеводнів мають більш високу розчинювальну здатність в порівнянні з вуглеводнями, проте містять більше домішок. Дихлоретан відноситься до легкозаймистих рідин, а метиленхлорид, хлороформ і чотирихлористий вуглець – до негорючих. Зберігати хлоровані вуглеводні слід в темних скляних банках без доступу повітря, так як на світлі і при дії кисню вони розкладаються. Пари хлорпохідних вуглеводнів діють наркотично. Особливо сильними отрутами є чотирихлористий вуглець і дихлоретан, що викликають при вдиханні їх парів ураження печінки, нирок та інших органів. Здатні всмоктуватися через шкіру.

5. Прості ефіри (діетиловий ефір, тетрагідрофуран, діоксан) відносяться до легкозаймистих рідин. Особливо небезпечний в пожежному відношенні діетиловий ефір: він має при кімнатній температурі дуже високу летючість, його пари важчі за повітря і здатні поширюватися по поверхні робочого столу, утворюючи з повітрям вибухонебезпечні суміші. Перед роботою з ефірами слід обов'язково перевіряти їх на присутність пероксидів, при виявленні проводити додаткове очищення. Пари простих ефірів мають сильну наркотичну дію.

6. Складні ефіри (етилацетат, бутилацетат) є легкозаймистими рідинами. Їх пари у високій концентрації мають наркотичну дію.

7. Спирти – найбільш вживані розчинники в лабораторному практикумі, відносяться до легкозаймистих рідин. Спирти – сильні наркотики, причому ізопропіловий і пропіловий спирти отруйні в основному при прийомі всередину. Метанол є за дією на організм одним з найбільш небезпечних отрут серед органічних розчинників. Попадання в шлунок 5–10 мл метанолу може викликати сліпоту, а доза 30–50 мл – смертельна. Розлади зору виникають також при вдиханні парів метанолу та при всмоктуванні його через шкіру. До роботи з метанолом допускаються тільки особи, які пройшли спеціальний інструктаж.

8. Ацетон відноситься до класу кетонів і являє собою легко летючий розчинник. У пожежному відношенні надзвичайно небезпечний. Пари утворюють з повітрям вибухонебезпечні суміші. При роботі з ацетоном слід дотримуватися особливих застережних заходів: не допускати попадання парів в атмосферу, не застосовувати в якості джерела нагрівання відкритий вогонь. По дії на організм ацетон відноситься до сильних наркотиків, вражаючим нервову систему. Небезпечно вдихання парів протягом тривалого часу або у високій концентрації.

9. Оцтова кислота відноситься до класу карбонових кислот і є легкозаймистою рідиною. Володіє сильною подразнюючою дією. Розчини з концентрацією кислоти вище 30% викликають опіки шкіри.

10. Аміди кислот (диметилформахід, диметилацетамід) відносяться до горючих рідин. Вдихання парів амідів шкідливо для здоров'я, проте внаслідок їх низької летючості небезпечні концентрації досягаються тільки при випаровуванні з великих поверхонь або при нагріванні. Здатні проникати через неушкоджену шкіру.

9. ПРАВИЛА РОБОТИ З ЕЛЕКТРИЧНИМИ ПРИЛАДАМИ

У хімічних лабораторіях широко застосовується різноманітне електрообладнання та електроприлади. Для нагрівання частіше всього використовують електричні плитки із закритою спіраллю. Не можна користуватися несправними електричними плитками, наприклад, з оголеними проводами.

1. Не можна переносити з місця на місце включені в електромережу прилади, а також ремонтувати електрообладнання, що знаходиться під струмом.

2. У разі перерви в подачі струму всі електроприлади слід негайно вимкнути.

3. У лабораторіях, де проводяться роботи з легкозаймистими та горючими рідинами, допускається застосовувати електронагрівальні прилади тільки із закритою спіраллю з азбестовим покриттям.

4. Всі електронагрівальні прилади (електроплитки, сушильні шафи, муфельні печі) повинні бути розміщені на термоізоляційному матеріалі – азбестовому покритті, керамічних плитках і т.д.

5. При виникненні пожежі потрібно швидко прибрати все вогнебезпечні речовини подалі від місця загоряння, вимкнути електроприлади і припинити активний доступ кисню в лабораторію. Полум'я слід гасити піском або протипожежною коврою. Гасіння полум'я водою може привести до розширення вогнища пожежі. У разі великої площі загоряння слід використовувати вогнегасники і викликати пожежних.

10. ПРАВИЛА РОБОТИ ЗІ СПИРТІВКАМИ

У практиці хімічних лабораторій застосовують скляні або металеві спиртові лампочки (спиртівки). Бензинові і газові рідинні пальники в наш час не використовують. Спиртові скляні лампочки випускають двох типів: СЛ1 зі скляним ковпачком і СЛ2 з фенопластовим ковпачком і підставкою зі сталевого дроту. Номінальна місткість спиртівок – 100 мл.

1. Спиртівка повинна мати добре притертий ковпачок, що оберігає спирт від випаровування. Гніт повинен бути зроблений з некручених бавовняних ниток, а не з марлі чи вати.

2. Запалювати спиртівку можна тільки сірником, не можна користуватися запальничкою або запалювати спиртівку від іншої палаючої спиртівки.

3. Не можна переносити палаючу спиртівку з місця на місце.

4. Не можна допускати сильного нагрівання резервуара спиртівки.

5. Гасити спиртівку потрібно за допомогою ковпачка, не можна дути на полум'я.

6. Перед нагріванням на спиртівці не можна заповнювати пробірку реакційними рідинами більш ніж на $\frac{2}{3}$ об'єму. При нагріванні пробірку слід закріпити в тримачі і слабо прогріти її по всій довжині. Після появи пухирців пари пробірку тримають не в полум'ї спиртівки, а над ним або близько. Отвір пробірки треба направляти в сторону від себе і поруч працюючих.

11. ПРАВИЛА РОБОТИ З РТУТНИМИ ПРИЛАДАМИ

У хімічних лабораторіях використовуються ртутні термометри і ртутні манометри для вимірювання залишкового тиску (при роботі із застосуванням вакууму). Металічна ртуть та її сполуки дуже токсичні. Пари металічної ртуті безбарвні, не мають запаху і становлять особливу небезпеку при поломці ртутних лабораторних приладів. Початкові симптоми хронічного отруєння парами ртуті – підвищена збудливість, швидка стомлюваність, головні болі, розлади нервової системи.

1. З лабораторними ртутними приладами працюють дуже обережно. Не можна різко струшувати ртутні термометри, перемішувати ними рідини, які нагріваються, нагрівати ртутні прилади вище максимальної температури.

2. Після вимірювання температури термометру дають охолонути, його витирають, кладуть в футляр і прибирають в спеціально відведене для зберігання місце.

3. При забрудненні нижньої частини термометра смолистими речовинами термометр витирають шматочком вати, змоченим органічним розчинником (спиртом, ацетоном, ефіром).

4. При поломці ртутних приладів і попаданні крапель ртуті на лабораторні меблі, прилади або підлогу слід негайно повідомити про це викладача. Необхідно ретельно зібрати всі видимі краплі ртуті за допомогою пензлика, піпетки з гумовою грушею, гладкого паперу в якості совка. З різних заглиблень і щілин ртуть збирають за допомогою пластинок з чистої оцинкованої бляхи, до яких легко прилипають дрібні кульки ртуті. Зібрану ртуть, а також оцинковані пластинки з прилиплою ртуттю поміщають в товстостінні банки з водою, які закриваються. Необхідно оглянути не тільки доступні ділянки приміщення, але по можливості відсунути меблі, розкрити нещільно прилеглі до підлоги ділянки лінолеуму, відірвати плінтус і зібрати всі краплі ртуті.

5. Не можна викидати ртуть в раковину або відро для сміття.

6. Після збору видимих крапель ртуті необхідно провести обробку зараженого місця спеціальними реагентами (демеркуризаторами). Заражені поверхні за допомогою пензлика рясно змочують 20%-ним розчином ферум трихлориду. Після повного висихання поверхню промивають мильною, а потім чистою водою. Замість розчину FeCl_3 можна використовувати 10%-ний розчин калій перманганату, підкислений соляною кислотою ($\rho = 1,19$) з розрахунку 5 мл кислоти на 1 л розчину.

12. ПРАВИЛА РОБОТИ ЗІ СКЛЯНИМ ЛАБОРАТОРНИМ ПОСУДОМ

При проведенні лабораторних робіт широко використовується посуд зі скла (пробірки, колби, склянки, крапельниці, лійки, бюретки, мірні циліндри, вимірювальні піпетки та ін.). Переваги такого посуду обумовлені корозійною стійкістю, твердістю, прозорістю і порівняно невеликим коефіцієнтом лінійного теплового розширення скла. Прозорість скляного посуду дозволяє безпосередньо стежити за ходом процесу в реакційному посуді. Гладкість

поверхні скла полегшує миття посуду. До недоліків скляного посуду можна віднести її крихкість, відносно малу стійкість до різких перепадів температури, іноді нестійкість по відношенню до деяких агресивних речовин (наприклад, концентрованих лугів, HF і H_3PO_4). Необхідно пам'ятати, що міцність скляного посуду значною мірою залежить від належного поводження зі склом, яке не виносить ніяких подряпин, особливо всередині посуду.

1. Не можна користуватися брудним скляним посудом, а також яке має тріщини і подряпини.

2. При розрізуванні скляної трубки слід обернути її рушником, злегка надпиляти і, впираючись в трубку великими пальцями з протилежного від надрізу боку, різко розтягнути частини трубки в різні боки, злегка зводячи їх під кутом. Краї розрізаної трубки слід обов'язково оплавити. Аналогічно розкривають скляні ампули після обов'язкового попереднього охолодження.

3. Вставляючи скляну трубку в гумовий корок, необхідно тримати обгорнуту ганчіркою або рушником трубку якомога ближче до краю, не закриваючи рукою отвори виходу трубки з корку.

4. Вставляючи корок в горло тонкостінної скляної посудини або колби, необхідно тримати колбу якомога ближче до того місця, куди вставляється корок.

5. Великі хімічні стакани з рідиною слід піднімати тільки двома руками так, щоб відігнуті краї стакана спиралися на вказівні пальці. Великі бутлі з рідинами переносять в спеціальному кошику з ручками. Піднімати бутлі за горло забороняється. При перенесенні скляного посуду з гарячою рідиною слід користуватися рушником, посудину при цьому тримати однією рукою за дно, а іншою – за горло.

6. Скляний посуд забороняється нагрівати на відкритому вогні. Дозволяється нагрівати тільки пробірки в полум'ї спиртівки чи пальника.

7. Процеси, що вимагають нагрівання, слід проводити в посуді з термостійкого тонкостінного скла. Слід обережати від нерівномірного нагрівання товстостінні скляні вироби (ексикатори, мірні циліндри, колби Бунзена і ін.). Їх не можна мити дуже гарячою водою, поміщати в розігріту сушильну шафу, наливати в них гарячі рідини.

8. Металеві лапки штативів та приладів повинні мати м'яку гумову прокладку на дотичних зі склом поверхнях. Не слід занадто туго притискати посуд лапками штатива.

9. Уламки розбитого скляного посуду прибирають тільки за допомогою віника і совка, але ні в якому разі не руками.

13. ПРАВИЛА РОБОТИ З ПОРЦЕЛЯНОВИМ ЛАБОРАТОРНИМ ПОСУДОМ

Для лабораторних цілей з порцеляни виготовляють склянки, чашки для випарювання, тиглі, лійки Бюхнера, ступки, шпателі і інший посуд. Основна перевага порцеляни в порівнянні зі склом – термостійкість і механічна міцність. Тверда порцеляна, з якої виготовляють лабораторний посуд, без покриття глазур'ю витримує нагрівання до 1300°C . Порцеляна, покрита

глазур'ю, розм'якшується при 1200°C. Недоліками посуду з порцеляни є її велика маса і непрозорість.

1. Порцеляновий лабораторний посуд слід розігрівати поступово, підвищуючи температуру не різко.

2. Розігріті порцелянові посудини можна брати холодними щипцями і ставити на холодну підставку.

3. Упарювання в порцеляновій чашці слід здійснювати або на водяній бані, або на азбестовій сітці. При обігріві відкритим полум'ям порцеляна може дати тріщину внаслідок великого перепаду температур на межі порцеляна – рідина.

4. Порцеляновий посуд, покритий зсередини глазур'ю, можна використовувати для нагрівання і зберігання концентрованих мінеральних кислот (крім HF і H₃PO₄). Концентровані розчини лугів при нагріванні руйнують порцеляну.

ДОДАТОК 2

НАДАННЯ ПЕРШОЇ (ДОЛІКАРСЬКОЇ) МЕДИЧНОЇ ДОПОМОГИ

1. При порізах з ранки видаляють промитим спиртом пінцетом уламки скла, змазують краї рани спиртовим розчином йоду і, поклавши на рану стерильну пов'язку, забинтовують.

2. При пораненнях з сильною кровотечею слід зупинити кров перев'язкою вище місця поранення (товстостінним гумовим джгутом), забинтувати і відвезти потерпілого в медичний пункт.

3. При термічних опіках I-го ступеня (почервоніння, припухлість) уражене місце обробляють 2%-ним розчином калій перманганату або 5%-ним спиртовим розчином таніну, змашують уражену ділянку маззю або гелем від опіків і накладають пов'язку. При опіках II-го і III-го ступеня (пухирі, виразки) допустимі тільки знезаражувальні примочки з розчину калій перманганату, після чого необхідно звернутися до лікаря.

4. При хімічних опіках необхідно перш за все видалити з шкіри речовини, що викликали опіки, а потім обробити відповідним чином:

а) при опіках кислотами або лугами промивають обпечене місце сильним струменем води, а потім нейтралізують кислоту 12%-ним розчином натрій гідрогенкарбонату (содою), а луг – 12%-ним розчином оцтової або борної кислоти;

б) при опіках бромом уражене місце обробляють 10–20%-ним розчином натрій тіосульфату, змивають його великою кількістю води і потім накладають марлевий тампон, змочений 5%-ним розчином сечовини; можна уражене місце промити етиловим спиртом і змастити уражене місце гліцерином;

в) при опіках рідким фенолом побілілу ділянку шкіри розтирають гліцерином, поки не відновиться нормальний колір, промивають водою і накладають марлевий тампон, змочений гліцерином;

г) при попаданні на шкіру агресивних органічних речовин уражене місце промивають 96%–ним етиловим спиртом, а потім змащують маззю або гелем від опіків.

5. При хімічних опіках очей кислотою або лугом необхідно добре промити очі водою протягом 35 хв, а потім 12%–ним розчином натрій гідрогенкарбонату (якщо потрапила кислота) або 2%–ним розчином борної кислоти (якщо потрапив луг).

6. При інгаляційних ураженнях (отруєнні лабораторними газами) потерпілого необхідно негайно вивести на свіже повітря, звільнити від стягуючого одягу, створити йому абсолютний спокій, покласти на спину, тепло укутати і викликати лікаря. При отруєнні парами бромю необхідно кілька разів глибоко вдихнути пари етилового спирту, а потім випити молока. При отруєнні парами фенолу категорично забороняється пити молоко.

7. У разі ураження електричним струмом необхідно негайно відключити електроживлення за допомогою рубильника. До потерпілого, який перебуває під струмом, не можна торкатися незахищеними руками (без гумових рукавичок). Якщо потерпілий втратив свідомість, необхідно після відключення струму негайно застосувати штучне дихання.

8. При отруєннях, сильних опіках та ураженнях електричним струмом слід негайно звернутися до лікаря.

Навчально-методичне видання

**Оксана Мар'янівна Строк,
Ірина Іванівна Петрусь**

ТЕХНІКА ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ

Методичні вказівки до лабораторних занять

Друкується в авторській редакції