

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ПРОФЕССИОНАЛЬНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«БРАТСКИЙ ЦЕЛЛЮЛОЗНО-БУМАЖНЫЙ КОЛЛЕДЖ»
(ФГБПОУ «БЦБК»)

Специальность 18.02.12

Технология аналитического контроля химических соединений

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ
ПО МДК 05.01 ОСУЩЕСТВЛЕНИЕ ПОДГОТОВИТЕЛЬНЫХ РАБОТ
ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
Раздел 4-5

Братск, 2025

Разработал
Долголаптева Л.В., преподаватель кафедры химико-механических дисциплин

Данное методическое пособие разработано для студентов 2 курса специальности 18.02.12 по МДК05.01 Осуществление подготовительных работ для проведения химического анализа. В пособии изложены основы физико-химических методов анализа.

Рассмотрено на заседании кафедры ХМД

от « 16 » 05 2025 г. Протокол № 9

Ответственный преподаватель кафедры ХМД 

Одобрено и утверждено редакционным советом


(Подпись председателя РС)

« 17 » 05 2025 г. № 8

Рецензия

на методическое пособие «Методические указания к выполнения лабораторных работ по МДК.05.01 «Осуществление подготовительных работ для проведения химического анализа» Раздел 4 – 5»

Данное методическое пособие предназначено для выполнения лабораторных работ по МДК.05.01 «Осуществление подготовительных работ для проведения химического анализа» Раздел 4 – 5», который является частью основной профессиональной образовательной программы в соответствии с ФГОС по специальности СПО 18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений.

Методическое пособие выполнено в соответствии с рабочей программой по ПМ.05 Выполнение работ по одной или нескольким профессиям рабочих, должностям служащих и включает методические указания к выполнению лабораторных работ.

Выполнение лабораторных работ помогает глубже изучить теоретический материал, совершенствовать практические навыки работы в лаборатории и подготовиться к сдаче квалификационного экзамена.

Преподаватель кафедры ХМД  / Г.Н. Юдинцева

Содержание

Введение	4
1 Техника безопасности при выполнении лабораторных работ	6
2 Подготовка к работе и требования к выполнению отчета	8
3 Лабораторная работа 1	9
4 Лабораторная работа 2	11
5 Лабораторная работа 3	14
6 Лабораторная работа 4	27
7 Лабораторная работа 5	28
8 Лабораторная работа 6	31
9 Лабораторная работа 7	34
10 Лабораторная работа 8	37
11 Лабораторная работа 9	39
12 Лабораторная работа 10	41
13 Лабораторная работа 11	42
14 Лабораторная работа 12	43
15 Лабораторная работа 13	46
Заключение	48
Список использованных источников	49

Введение

В данных методических указаниях по выполнению лабораторных работ по «ПМ05 Выполнение работ по одной или нескольким профессиям рабочих, должностям служащих» студенты знакомятся с правилами безопасной работы в химической лаборатории, правилами работы с химической посудой, приготовлением растворов.

Лабораторные работы помогают получить необходимые сведения о свойствах химических соединений, правилах их хранения и работы с ними, правилах приготовления растворов и работы с ними, познакомиться с лабораторным оборудованием, химической посудой, лабораторными установками и овладеть техникой проведения важнейших лабораторных операций.

При выполнении лабораторных работ студентами отрабатываются общие компетенции:

ОК 1 Выбирать способы решения задач профессиональной деятельности, применительно к различным контекстам.

ОК 2 Использовать современные средства поиска, анализа и интерпретации информации и информационные технологии для выполнения задач профессиональной деятельности.

ОК 4 Эффективно взаимодействовать и работать в команде.

ОК 5 Осуществлять устную и письменную коммуникацию на государственном языке Российской Федерации с учетом особенностей социального и культурного контекста.

ОК 6 Проявлять гражданско-патриотическую позицию, демонстрировать осознанное поведение на основе традиционных общечеловеческих ценностей, в том числе с учетом гармонизации межнациональных и межрелигиозных отношений, применять стандарты антикоррупционного поведения.

ОК 7 Содействовать сохранению окружающей среды, ресурсосбережению, применять знания об изменении климата, принципы бережливого производства, эффективно действовать в чрезвычайных ситуациях.

ОК 9 Пользоваться профессиональной документацией на государственном и иностранном языках.

Студентами отрабатываются профессиональные компетенции:

ПК 5.1 Выбирать и подготавливать химическую посуду, приборы, оборудование для проведения анализа. Отбирать и готовить пробы анализируемых веществ. Снимать показания приборов и рассчитывать результат измерений.

ПК 5.2 Готовить растворы различных видов концентраций. Определять и рассчитывать концентрации растворов различными способами. Проводить анализ средней сложности по методике и обрабатывать результаты анализа, оформлять протоколы.

Полученные знания и экспериментальные навыки помогут студенту при изучении других специальных дисциплин, помогут приобрести профессиональные навыки.

Лабораторные занятия преследуют основную цель: дальнейшее обучение навыкам проведения лабораторных работ, при выполнении которых студенты осваивают технику обращения с химическими реактивами и оборудованием, приемы проведения химических операций, методы обработки опытных данных, учатся сопоставлять и анализировать результаты опытов и делать выводы.

Для выполнения лабораторных работ студентам выдаются методические указания, необходимые справочные материалы.

От правильной организации работы и рабочих мест в химической лаборатории, использования современных аналитических приборов, высококачественных химических реактивов и новейших методик анализа, а также от профессиональной подготовки аналитика во многом зависит качество проводимых анализов.

Студенты допускаются к выполнению лабораторной работы после проверки знаний в объеме вопросов для самопроверки.

1 Техника безопасности при выполнении лабораторных работ

Студент допускается к работе в лаборатории только после инструктажа по технике безопасности, что подтверждается росписью студента и лица, проводившего инструктаж, в специальном журнале.

Все студенты, прошедшие инструктаж, должны строго придерживаться правил техники безопасности. За несоблюдение правил установлена ответственность в административном или судебном порядке.

Работа студента разрешается в лаборатории в часы, отведенные по расписанию, а также в дополнительное время, согласованное с преподавателем, под наблюдением лаборанта преподавателя.

Запрещается принимать пищу в лаборатории, пробовать химические вещества на вкус, оставлять какие-либо реактивы в посуде без соответствующей надписи.

Все растворы, не подлежащие сливу в канализацию (органические растворители, соли ртути и серебра, легковоспламеняющиеся жидкости, концентрированные кислоты и щелочи и т.д.), следует выливать в особые банки для слива, получив указание лаборанта.

Концентрированные кислоты и щелочи, сильнодействующие реактивы (бром и др.) надо хранить в вытяжном шкафу под тягой на подносе и не выносить их оттуда.

При всех работах с едкими веществами (кислотами, щелочами и др.) необходимо соблюдать максимальную осторожность, имея в виду, что несчастные случаи всегда происходят в результате неосведомленности, невнимательности или небрежности работающего.

Перед использованием вещества для опыта, следует внимательно прочесть этикетку и проверить содержимое по качественным признакам (цвет, запах, консистенция и др.).

При попадании едкого вещества на стол или на пол следует это место сразу же засыпать песком, затем собрать песок и вынести из помещения. Облитое кислотой место промыть раствором соды.

Реакции, которые могут сопровождаться сильным разогревом (растворение кислот, щелочей), следует проводить только в посуде из химического стекла, а не толстостенной посуде. При этом реакционный сосуд помещают в кристаллизатор.

Засасывать едкие жидкости в пипетку необходимо только с помощью груши или пневмонасоса, а не ртом.

Нагревать растворы на плитке следует только в посуде из химического стекла без пробки. При этом посуда должна быть сухой снаружи. Брать нагретые предметы необходимо с помощью полотенца или специальных напальников.

При порезах стеклом место пореза осторожно протереть ватой, смоченной настойкой йода (предварительно убедитесь, что в ране нет осколков стекла), а затем, приложив к ране вату, забинтовать. При серьезных травмах пострадавшего отправить в больницу.

При ожоге концентрированными кислотами необходимо промыть обожженное место струей воды, а затем – 2-3% раствором соды.

При ожоге едкими щелочами, пострадавшее место промыть обильно водой до полного удаления щелочи, а затем – 2-3% раствором борной или уксусной кислоты.

При химических ожогах глаз необходимо осторожно промыть водой и оказать первую медицинскую помощь пострадавшему (при необходимости вызвать «Скорую помощь» по телефону 103).

При термических ожогах необходимо обработать обожженное место мазью или 7%-ным раствором перманганата калия и наложить повязку. При необходимости отправить пострадавшего в больницу.

В случае воспламенения одежды необходимо немедленно набросить на пострадавшего халат или одеяло, чтобы сбить пламя.

При возникновении пожара в лаборатории необходимо сразу же отключить вентиляцию и электроэнергию. Принять все меры к ликвидации очага загорания. При необходимости воспользоваться огнетушителями или вызвать пожарную команду (телефон 101 или 102).

2 Подготовка к работе и требования к выполнению отчета

Прочитать название работы, основные теоретические положения и порядок выполнения работы от начала до конца. Выяснить смысл всех непонятных слов.

В соответствии с описанием лабораторной работы подготовить необходимое оборудование и реактивы, расположить их так, чтобы удобно было ими пользоваться. Все лишнее убрать со стола.

Случайно разлитое на стол вещество сразу вытереть, а стол хорошо вымыть.

Записать дату, номер и название лабораторной работы.

Сформулировать цель и задачи работы.

Записать небольшое теоретическое введение в работу, раскрывающее ее суть.

Записать результаты опытов.

В конце лабораторной работы, проанализировать полученные результаты, сформулировать общий вывод.

Отчет по работе оформить в тетради для лабораторных работ и сдать преподавателю на проверку.

3 Лабораторная работа 1

Тема: Правила пользования мерной посудой.

Цель: ознакомиться с мерной посудой, освоить технику работы с мерными колбами, мерными пипетками, бюретками.

Формируемые компетенции: ОК 1,2,4. ПК5.1

Оборудование и реактивы: мерные колбы на 50мл, мерные пипетки Мора и градуированные пипетки, бюретки на 25 мл.

Теоретические сведения. Мерные колбы. Служат для измерения точных объемов, рассчитанных на вливание, и приготовление растворов точной концентрации. Также их используют для точного разбавления (разведения) растворов. Мерные колбы представляют собой круглые плоскодонные сосуды с длинным узким горлышком. На боковой поверхности колбы обозначены ее объем (соответствующий кольцевой метке на горлышке) и температура, при которой измерялась вместимость. Мерные колбы изготавливаются объемом от 25 мл до 2 л.

При пользовании мерной колбой необходимо: держать ее только за горлышко и выше кольцевой метки; располагать перед собой при измерении так, чтобы кольцевая метка находилась на уровне глаз, сливаясь для наблюдателя в одну линию; окончательно уровень жидкости до кольцевой метки доводить с помощью капельной пипетки отсчитывая его по нижней части вогнутого мениска, то есть до тех пор, пока нижняя часть мениска не станет касаться метки.

После доведения уровня жидкости до метки мерную колбу закрывают пробкой и, придерживая ее, многократно перемешивают полученный раствор (7-10раз), переворачивая колбу вверх-вниз.

В мерных колбах нельзя хранить растворы в течение продолжительного времени, а также не разрешается эти колбы нагревать!

Бюретки. Предназначены для точного измерения объема раствора (титранта), пошедшего на титрование.

Они представляют собой узкие стеклянные трубки со шкалой, калиброванной на выливание, объемом 25, 50 или 100 мл, с ценой деления 0,1 мл. Чаще всего используют бюретки объемом 25 мл. Нижняя часть бюретки закачивается суженным концом, на котором имеется либо пришлифованный стеклянный кран, либо резиновая трубка с присоединенной стеклянной трубкой, оттянутой в капилляр (“носик”). Внутри резиновой трубки помещается стеклянный шарик.

Сжимая слегка резину сбоку в том месте, где находится шарик, дают жидкости вытекать из бюретки через образующийся при этом просвет. Объем капли жидкости, вытекающей из бюретки, зависит от диаметра отверстия капилляра и составляет 0,02–0,05 мл.

Бюретки со стеклянными кранами используют в том случае, если титрантами являются растворы агрессивных веществ, разрушающих резину (окислителей, концентрированных кислот, щелочей, органических

растворителей). Раствор в бюретку заливают через небольшую стеклянную или пластиковую воронку. При пользовании бюреткой необходимо:

- укрепить бюретку в штативе строго вертикально;
- наполнить бюретку раствором через воронку, после чего воронку сразу же убрать; оставлять воронку в бюретке нельзя;
- предварительно ополоснуть (1-2 раза) бюретку рабочим раствором (титрантом);
- заполнить бюретку раствором выше нулевого деления;
- удалить воздух из нижнего конца бюретки – “носика” – и полностью заправить его раствором; для этого поднять вверх стеклянный наконечник и, оттянув резиновую трубку в месте шарика, резко опустить наконечник вниз, вытеснив из него воздушные пузырьки выливаемым раствором;
- установить уровень жидкости в бюретке на нулевое деление по нижней части вогнутого мениска (при вынутой из бюретки воронке, перед каждым титрованием);
- при титровании опустить нижний конец бюретки в титровальную колбу так, чтобы он был направлен в центр колбы;
- при титровании, нажимая большим и указательным пальцами одной руки на резиновую трубку сбоку от стеклянного шарика, сливать раствор (титрант) в колбу, держа ее в другой руке и постоянно перемешивая ее содержимое вращательными движениями ;
- титрование прекратить, когда произойдет резкое изменение окраски раствора в титровальной колбе от приливания одной (последней) капли титранта;
- при титровании жидкость из бюретки выливать медленно (по каплям), особенно в конце титрования;
- при всех отсчетах по бюретке располагать глаза строго на уровне нижней части вогнутого мениска
- при измерении объемов бесцветных и слабоокрашенных растворов отсчет производить по нижней части мениска, а интенсивно окрашенных или мутных – по верхней, для удобства перемешивания колбу с титруемым раствором обычно держат ведущей рукой.
- измеренные с помощью бюретки объемы раствора записывать с точностью до 0,01 мл (например, 10,40 мл, а не 10,4), оценивая сотые доли миллилитра на глаз; для повышения точности отсчета можно производить на фоне белого экрана из бумаги или картона ;
- по окончании работы раствор вылить из бюретки, промыть ее водопроводной водой и ополоснуть дистиллированной водой; в нерабочем состоянии бюретка должна быть заполнена дистиллированной водой!.

Мерные пипетки. Используются для точного отмеривания порций растворов требуемого объема. Традиционные стеклянные пипетки бывают двух типов: на фиксированный объем и градуированные.

Пипетки первого типа (пипетки Мора) представляют собой длинные узкие трубки с расширением в середине и оттянутым в капилляр нижним

концом, в верхней узкой части имеют кольцевую метку, до которой их заполняют жидкостью.

Пипетки Мора изготавливают объемом от 1 до 100 мл.

Градуированные пипетки похожи на бюретки и имеют измерительную шкалу, калиброванную на выливание или наполнение. При пользовании пипеткой необходимо:

Предварительно дважды ополоснуть ее исследуемым раствором для удаления капель воды. Для этого поместить нижний конец пипетки в раствор и втянуть его резиновой грушей до расширенной части пипетки. Концентрированные растворы кислот и щелочей, а также растворы летучих, едких или ядовитых веществ следует набирать в пипетку только с помощью резиновой груши! Затем закрыть верхний конец пипетки указательным пальцем и, держа над раковиной (стаканом), придать пипетке горизонтальное положение. Вращая пипетку, смочить ее внутреннюю поверхность, а затем слить жидкость через нижний конец в раковину (стакан).

Для отбора аликвоты – точно отмеренной порции анализируемого раствора – глубоко погрузить нижний конец пипетки в жидкость и использовать указанный выше прием, но втянуть жидкость до уровня немного выше кольцевой метки пипетки (примерно на 2–3 см).

Быстро закрыть верхнее отверстие пипетки слегка влажным (не мокрым!) указательным пальцем, вынуть пипетку из раствора

Немного ослабив нажим пальца, дать жидкости медленно стекать, пока нижняя часть мениска не коснется метки (глаза следует располагать строго на уровне метки), а затем палец снова прижать. Пипетка должна находиться строго в вертикальном положении.

Жидкость из пипетки выпустить в заранее приготовленный для этой цели сосуд (титровальную колбу). Для этого держа сосуд в наклонном положении, прислонить нижний конец пипетки к внутренней стенке сосуда и открыть верхний конец пипетки. После вытекания жидкости подождать несколько секунд (10–15сек.). Оставшуюся в пипетке часть раствора выдувать или стряхивать в титровальную колбу нельзя!

По окончании работы пипетку промыть и поместить в специальный штатив для хранения.

Ход работы:

Зарисовать мерную колбу, пипетку Мора, градуированные пипетки на полный и неполный слив, бюретку.

Сделать вывод.

4 Лабораторная работа 2

Тема: Проверка и калибровка мерной посуды (пипетки Мора, мерные колбы).

Цель: ознакомиться с химической посудой, используемой в титриметрическом методе анализа. Освоить технику калибровки мерных колб и пипеток

Формируемые компетенции: ОК 1,2,4. ПК5.1

Оборудование и реактивы: мерная колба вместимостью 25-50 мл, пипетка вместимостью 10–25мл, термометр, технические весы, химический стакан 100мл, дистиллированная вода

Ход работы:

а) Калибровка пипетки.

Для проверки вместимости тщательно вымытую пипетку наполнить до метки дистиллированной водой. Для заполнения пипетки жидкость набрать грушей через широкое отверстие пипетки (кончик пипетки должен быть полностью погружен в жидкость) на 2–3 см выше метки, затем быстро закрыть отверстие указательным пальцем.

Когда пипетка наполнена, ослабить нажим указательного пальца, в результате чего жидкость будет медленно вытекать из пипетки (палец должен быть слегка влажным); как только нижний мениск жидкости коснется метки, палец снова плотно прижать. Пипетка калибруется на свободное вытекание под действием силы тяжести, в этом случае жидкость из нее вытекает равномерно и с одинаковой скоростью.

Выдувать остатки жидкости нельзя. После того как вся жидкость вытечет из носика пипетки, касаются им стенок сосуда 2–3 раза. Воду из пипетки вылить в чистый, предварительно взвешенный стакан. Взвешивание проводят на технических весах с точностью ($\pm 0,01$) г. Полученные значения занести в таблицу 1.

Таблица 1- Результаты калибровки пипетки

№ опыта	m (пустого стаканчика), г	m (стаканчика с водой), г	m(воды), г	t (воды), °С	p(воды), г/мл	V(воды), мл
1						
2						
3						

Термометром измерить температуру воды и по таблице 2 определить ее плотность.

Расчет объема воды V, мл, отобранной пипеткой выполнить по формуле

$$V = \frac{m}{\rho}, \quad (1)$$

где m-масса воды, г;
ρ-плотность воды, г/мл.

Полученные значения занести в таблицу 1.

Опыт повторяют не менее 3 раз. По полученным данным рассчитать средний объем.

Расчет среднего объема $V_{\text{ср}}$, мл, выполнить по формуле

$$V_{\text{ср}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3}, \quad (2)$$

где V_1, V_2, V_3 – измеренные объемы, мл.

Таблица 2 – Плотность воды в интервале температур 15–30 °С

t, °С	ρ, г/мл	t, °С	ρ, г/мл	t, °С	ρ, г/мл	t, °С	ρ, г/мл
15	0,99913	19	0,99843	23	0,99756	27	0,99654
16	0,99897	20	0,99823	24	0,99762	28	0,99626
17	0,99880	21	0,99802	25	0,99707	29	0,99597
18	0,99862	22	0,99780	26	0,99681	30	0,99567

Таблица 3– Допустимые погрешности номинальной вместимости пипеток

Вместимость, мл	Допускаемая погрешность, мл, для градуированных пипеток	Допускаемая погрешность, мл, для пипеток Мора
1,00	±0,01	±0,015
2,00	±0,02	±0,020
5,00	±0,05	±0,030
10,0	±0,10	±0,040
20,0		±0,060
25,0		±0,060
50,0		±0,100
100		±0,150

б) Калибровка мерной колбы

В отличие от пипеток, для которых определяют объем выливаемой жидкости, для мерных колб определяют объем жидкости, которая помещается в мерную колбу.

Проверку вместимости мерной колбы проводят следующим образом. Чистую и сухую мерную колбу с пробкой взвесить на технических весах с точностью до (±0,01) г (большие колбы, объемом 1, 2 л можно взвесить с точностью ±0,1 г, ошибка взвешивания не должна превышать 0,1 %–0,2 %). Затем колбу заполнить до метки дистиллированной водой. Сначала налить воду в мерную колбу на 1 см ниже метки, после чего довести до метки, добавляя жидкость по каплям из капельницы. Колбу закрыть пробкой и снова взвесить. Полученные значения занести в таблицу 4.

Таблица 4 - Результаты калибровки мерной колбы

№ опыта	m(пустой колбы), г	m (колбы с водой), г	m(воды), г	t (воды), °C	p (воды), г/мл	V(воды), мл
1						
2						
3						

Термометром измерить температуру воды и по таблице 2 определить ее плотность. По уравнению (1) рассчитать объем воды, отобранный в мерную колбу. Полученные значения занести в таблицу 4. Опыт повторить не менее трех раз. По полученным данным рассчитать средний объем мерной колбы (2) и его относительное отклонение от номинального (3). В случае превышения относительного отклонения допустимого значения (0,1 %–0,2 %), поступить так же, как и с пипеткой. В конце работы сделать вывод о полученных результатах, о соответствии вместимости колбы значениям допускаемой погрешности. Пределы допускаемой погрешности номинальной вместимости колбы не должны превышать значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5-Допустимые погрешности номинальной вместимости мерных колб

Номинальная вместимость, мл	Допустимая погрешность, мл	Номинальная вместимость, мл	Допустимая погрешность, мл
5	± 0,05	250	±0,30
10	± 0,05	300	±0,40
25	±0,08	500	±0,50
50	±0,12	1000	±0,80
100	±0,20	2000	±1,20
200	±0,30		

Ход работы:

Выполнить калибровку мерной колбы и мерной пипетки, произвести необходимые расчеты. Сделать вывод.

5 Лабораторная работа 3

Тема: Сборка различных установок лабораторного оборудования

Цель: научиться собирать установки лабораторного оборудования

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.1

Теоретические сведения. Правила сборки установок для выполнения работ.

Выбор установки (прибора) для выполнения работы определяется, в первую очередь, задачей, стоящей перед экспериментатором, условиями проведения работы, а также свойствами исходных и конечных продуктов.

Сборка установки должна проводиться с большой тщательностью и аккуратностью, так как это является непременным условием успешной и безопасной работы.

Можно отметить следующие правила сборки приборов и установок.

Отдельные части установки необходимо соединять друг с другом осторожно, подбирая пробки, трубки и другие детали еще до закрепления прибора на штативе.

Если приборы собирают на шлифах, то их следует предварительно смазать.

Посуду подбирают такого размера, чтобы реакционная масса занимала не более $2/3$ объема. Для сильно вспенивающихся жидкостей количество жидкости должно быть не более $1/2$ объема колбы.

Если реакционная смесь будет нагреваться, то обязательно применяют круглодонную колбу соответствующего размера.

После того как собраны отдельные части установки, их закрепляют в лапках штатива.

Установку всегда собирают, начиная с основного блока или с ее предполагаемого «верха». Например, при сборке установки для простой перегонки следует вначале укрепить на штативе колбу Вюрца, затем к ней присоединить нисходящий холодильник, потом аллонж и, наконец, подвести под него приемник.

Вся установка должна быть собрана в одной плоскости или по одной линии (за исключением некоторых случаев), без перекосов или напряжения стеклянных частей прибора. Это особенно важно при работе со стандартными шлифами, когда они должны присоединяться друг к другу без особых усилий со стороны экспериментатора.

Необходимо следить, чтобы при соединении отдельных частей прибора выполнялись условия герметичности. Если стеклянные части установки достаточно тяжелые (например, колба с обратным холодильником, мешалкой, капельной воронкой, термометром и т.д.), то крепить их к штативу следует несколькими лапками. При этом дефлегматоры, мешалки, обратные холодильники крепят строго вертикально, а нисходящие холодильники наклонно, чтобы жидкость стекала в приемник, не попадая на пробки.

Если установка предназначена для работы под атмосферным давлением, то необходимо, чтобы она свободно сообщалась с атмосферой во избежание повышения давления в системе.

При необходимости защиты реагирующих веществ от действия влаги воздуха используют хлоркальциевые трубки.

Приступая к работе, следует еще раз внимательно осмотреть прибор и убедиться в правильности его сборки.

Простая перегонка. В тех случаях, когда перегоняемое вещество достаточно устойчиво к нагреванию и практически не разлагается при температуре кипения, для очистки пользуются простой перегонкой при атмосферном давлении.

Простая перегонка применяется в следующих случаях:

-для отделения жидкости от растворенных в ней твердых или нелетучих веществ;

-для разделения смесей жидкостей, температуры кипения которых различаются более, чем на 80°C.

Обычно этот способ перегонки целесообразно применять для жидкостей с температурой кипения до 180°C, так как выше 180°C многие вещества заметно разлагаются. Часто при перегонке температура кипящей жидкости вследствие перегрева несколько выше, чем температура пара. Перегревы, возникающие при отсутствии центров кипения в перегоняемой жидкости, приводят к сильным толчкам, в результате которых вещество вместе с примесями и загрязнениями может быть переброшено в приемник. Существуют различные способы предотвращения или ослабления толчков при кипении. Чаще всего в колбу с жидкостью, подвергаемой перегонке, вносят так называемые «кипелки», роль которых выполняют различные, инертные, пористые материалы (рисунок 1).

В качестве рабочего сосуда обычно используют круглодонные колбы. Для перегонки низкокипящих жидкостей берут колбу с высоко припаянной отводной трубкой, для высококипящих - с низко припаянной. Температура кипения обычно контролируется термометром, ртутный шарик которого должен полностью омываться парами кипящего вещества, т.е. верхний край шарика следует устанавливать примерно на 0,5 см ниже отверстия отводной трубки колбы.

Величину перегонной колбы выбирают в зависимости от количества перегоняемой жидкости и от температуры ее кипения. Жидкость должна занимать не более 2/3 объема колбы. Колба не должна быть слишком большой, особенно при перегонке высококипящих жидкостей, так как в ней остается большое количество перегоняемого вещества. Колбу укрепляют в штативе, зажимая ее лапкой выше отводной трубки. Во избежание загрязнения вещества дистиллят должен по возможности меньше соприкасаться с пробками, поэтому отводную трубку перегонной колбы соединяют с холодильником так, чтобы конец ее выступал из пробки в холодильник не менее чем на 4-5 см и доходил до той части холодильника, который охлаждается водой. Размер холодильника (площадь охлаждения) выбирают в зависимости от температуры кипения отгоняемой жидкости.

Схема установки для простой перегонки показана на рис. 1,2. Она состоит из перегонной колбы 1 (или колбы Вюрца), термометра 3, нисходящего холодильника Либиха 4, алонжа 5, приемника 6, нагревательного элемента ((плитка электрическая или водяная баня) 7. Части прибора крепятся на штативах 8 с помощью муфт 10 и лапок 9. Перед сборкой необходимо проверить колбу на наличие трещин.

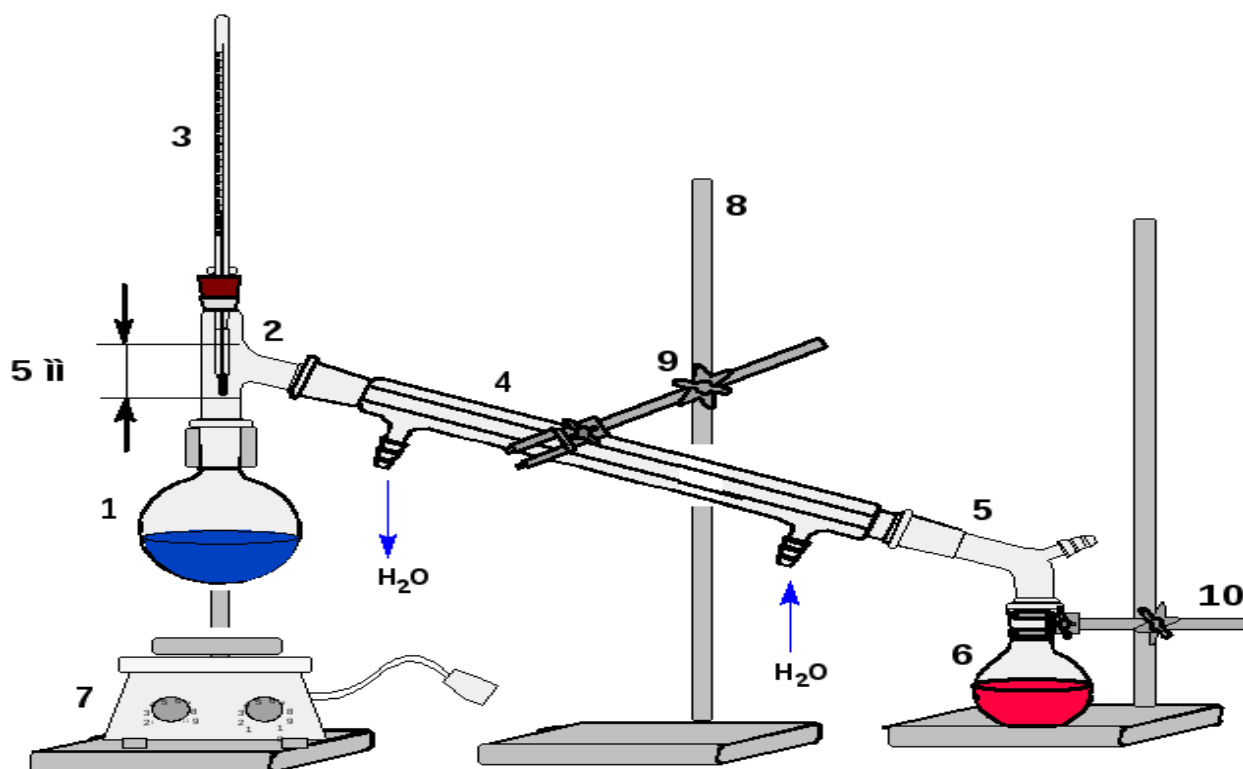


Рисунок 1 - Установка для простой перегонки без бани.

При сборке прибора следует обратить внимание на следующие моменты: Термометр, показывающий температуру паров перегоняемой жидкости, вставляют в колбу Вюрца вертикально и так, чтобы ртутный шарик находился на 0,5 см ниже отверстия отводной трубки и полностью омывался парами кипящей жидкости.

Вода из водопроводного крана поступает в нижний отвод холодильника, а выпускается в верхний отвод.

Охлаждение проточной водой в холодильнике применяют при перегонке жидкостей, кипящих до 120-130°C, а при перегонке веществ с температурой кипения 130-160°C охлаждение производят непроточной водой или в холодильнике без воды; при перегонке веществ при температуре 160°C и выше пользуются воздушным холодильником.

Установку собирают в вытяжном шкафу обычно так, как показано на рис. 1, т.е. слева нагревательный прибор, справа – приёмник.

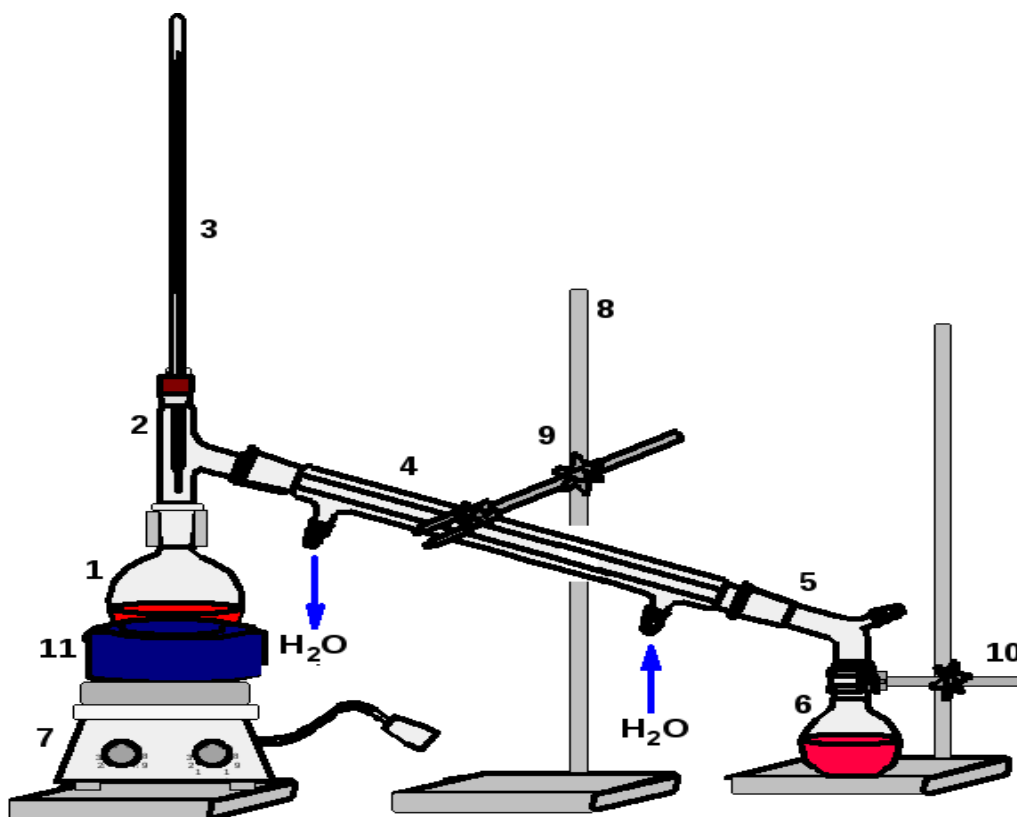
Техника проведения перегонки заключается в следующем: колбу Вюрца заполняют определённым количеством жидкости (объём жидкости не должен превышать 2/3 объёма колбы). После этого колбу соединяют с холодильником и термометром, помещают в баню (перегонная колба и холодильник должны быть закреплены на отдельных штативах). Перед началом перегонки в колбу для равномерного кипения помещают несколько «кипятильников» (кусочки неглазурованного фарфора). Включают воду и нагревательный прибор. Температуру перегонки записывают. Заканчивают перегонку тогда, когда температура поднимется на 2-3°C выше той, при которой перегонялась

основная масса жидкости. Чистое вещество обычно перегоняется в узком температурном интервале 1-2°C.

Когда весь прибор собран, его тщательно проверяют и только тогда начинают нагревать. В зависимости от температуры кипения нагревание ведут, используя различные типы нагревательных бань. .. Скорость перегонки обычно выбирают такую, чтобы стекало не более 1-2 капель дистиллята в секунду.

Простая перегонка часто применяется для очистки абсолютных растворителей, но в этом случае обязательно к аллонжу присоединяется хлоркальциевая трубка.

При использовании круглодонных колб емкостью 1 л и более, для уменьшения нагрузки на дно сосуда, при сборке установки их помещают на кольцо. Пары веществ, легко кристаллизующихся при комнатной температуре, не должны охлаждаться в холодильнике до температуры затвердевания. Для этого холодильник можно периодически отключать от проточной воды. Жидкости, кипящие в пределах 200-300°C, перегоняются без холодильника, функцию которого в этом случае может выполнять отводная трубка колбы для перегонки. Холодильник соединяют с приемником посредством аллонжа. В качестве приемника обычно употребляют конические или плоскодонные колбы, которые можно поставить на поверхность. При применении в качестве приемников круглодонных колб, их необходимо дополнительно закреплять. Для более полной конденсации паров низкокипящих жидкостей приемник помещают в сосуд с охлаждающей смесью.



1 – перегонная колба, 2 – переходник, 3 – термометр, 4 – холодильник Либиха, 5 – алонж, 6 – колба приемник, 7 – плитка электрическая, 8 – штатив, 9 – муфта, 10 – лапка, 11– водяная баня

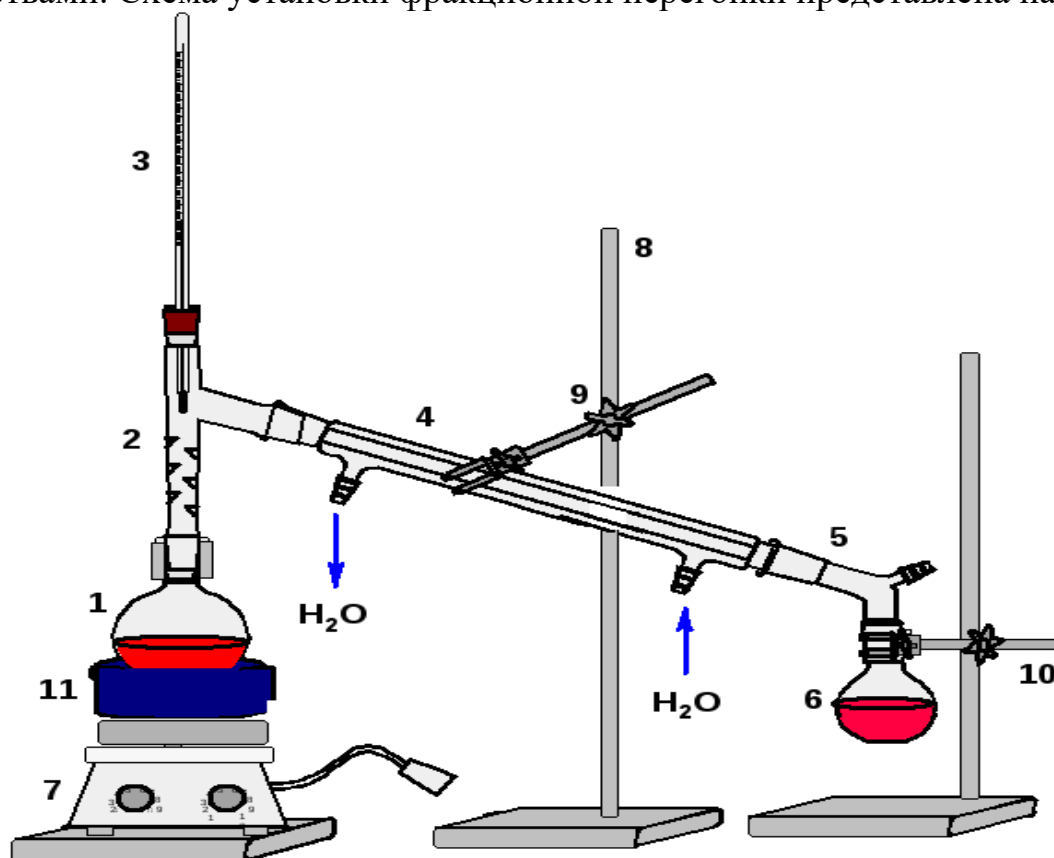
Рисунок 2 - Установка для простой перегонки с водяной баней.

Фракционная перегонка. Фракционной перегонкой называют такой способ ведения ее, когда из смесей жидкостей с различными температурами кипения выделяются отдельные компоненты. Фракционная перегонка применяется для разделения смеси жидкостей с разницей в температурах кипения от 20°C до 80°C.

Более тщательное разделение смеси нескольких жидкостей, кипящих в узком интервале температур, на относительно чистые отдельные компоненты достигается применением дефлегматора. Принцип работы дефлегматора заключается в том, что при неполном охлаждении пара кипящего раствора, происходит частичная конденсация пара более высококипящей жидкости. Образовавшийся конденсат называется флегма (от греч. phlegma - слизь, мокрота).

Флегма стекает обратно в испарительную емкость, а пар обогащается более летучим компонентом и выводится в холодильник, где происходит его охлаждение, конденсация и переход в жидкую фазу (дистиллят). Применение дефлегматора при дробной перегонке способствуют выделению фракций с узким интервалом температуры кипения. При этом полученные дистилляты имеют разный состав. Отводят их (последовательно во времени) в разные приемные емкости. В первой, по времени отбора емкости, будет дистиллят, наиболее богатый низкокипящими компонентами, во второй емкости - менее богатый, и т.д. В каждом из этих дистиллятов (фракциях), преобладает один

или несколько компонентов исходной смеси с близкими физико-химическими свойствами. Схема установки фракционной перегонки представлена на рис. 3.



1 – перегонная колба, 2 – переходник (дефлегматор), 3 – термометр, 4 – холодильник Либиха, 5 – алонж, 6 – колба приемник, 7 – плитка электрическая, 8 – штатив, 9 – муфта, 10 – лапка, 11 – водяная баня

Рисунок 3 - Схема установки фракционной перегонки

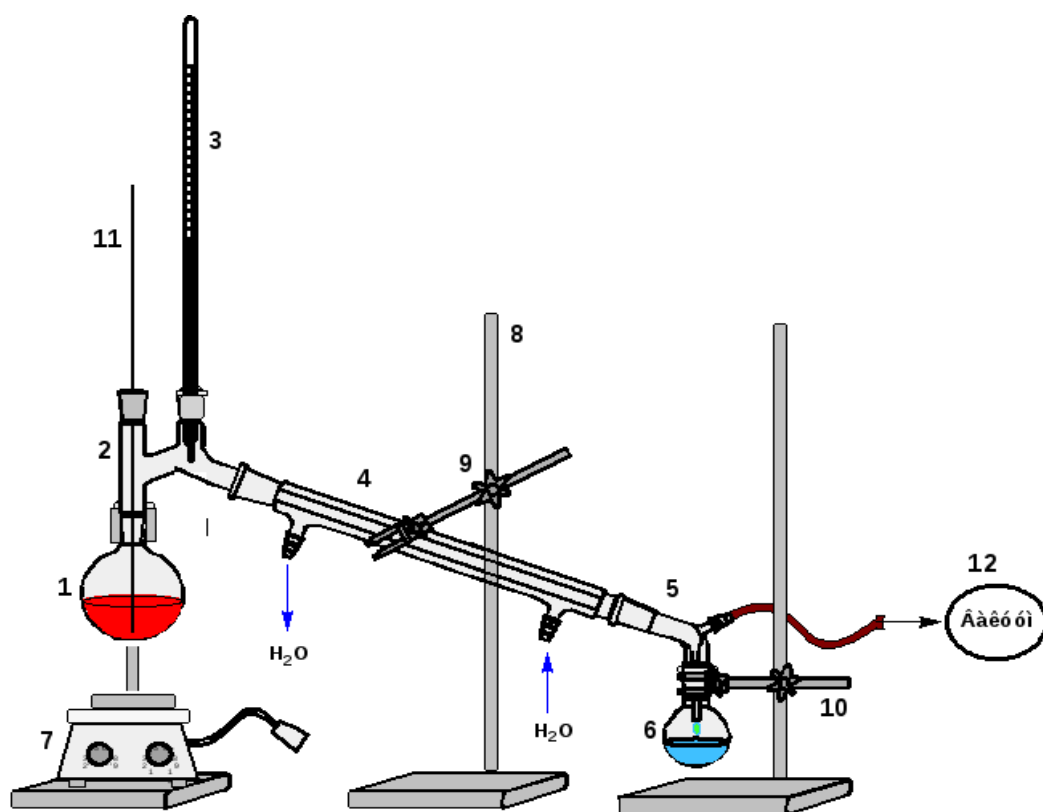
Перегонка при пониженном давлении (перегонка в вакууме).

Перегонка в вакууме применяется,

- если перегоняемые вещества полностью или частично разлагаются при температуре кипения (при атмосферном давлении). При пониженном давлении температура кипения вещества понижается, а значит, уменьшается или полностью устраняется возможность его разложения;

- если температура кипения компонентов смеси отличаются менее, чем на 20°C. При пониженном давлении увеличивается разница температур кипения (рис.4).

Схема установки для перегонки при пониженном давлении показана на рис.4. Она состоит из перегонной колбы (часто колбы Кляйзена) 1, термометра 3, холодильника 4, алонжа 5 и приемника 6. Колбу закрывают пробкой со стеклянной трубкой, оттянутой на конце в тонкий капилляр 11. Верхнюю часть этой трубки соединяют с резиновым шлангом, имеющим зажим. При пониженном давлении в колбе через этот капилляр проходят в перегоняемую жидкость пузырьки воздуха, что способствует равномерному перемешиванию и кипению жидкости. Скорость пропускания пузырьков воздуха регулируют зажимом на отрезке шланга.



1 – перегонная колба, 2 – переходник, 3 – термометр, 4 – холодильник Либиха, 5 – алонж, 6 – колба приемник, 7 – плитка электрическая, 8 – штатив, 9 – муфта, 10 – лапка, 11 – капилляр вакуумный, 12 – водоструйный насос

Рисунок 4. - Установка для вакуумной перегонки.

Чтобы зажим не полностью перекрывал резиновый шланг, в него вставляют тонкую проволоку. Перегонную колбу соединяют с нисходящим холодильником Либиха 4 с помощью насадки 2 (при использовании колбы Кляйзена насадка не применяется). Алонж 5 должен иметь отвод для соединения системы с масляным, вакуумным или водоструйным насосом 12. Если нужно собрать все фракции, входящие в состав перегоняемой смеси, применяют специализированные алонжи («пауки»), позволяющие крепить несколько приемников (круглодонные колбочки). Давление, при котором осуществляют перегонку, измеряют ртутным манометром, присоединенным к системе. Чтобы избежать переброса продуктов в насос (при использовании масляного насоса), между ними и прибором устанавливают поглотительную систему (колонки с активированным углем и твердым гидроксидом натрия или калия). Если пользуются водоструйным насосом, то применяют предохранительную склянку. Нагревание производят с помощью электроплитки (7) с баней или без нее. Установка крепится на металлический штатив 8 с помощью муфт 9 и лапок 10.

Работа с установкой требует особого соблюдения правил техники безопасности. После того как прибор собран, необходимо убедиться в его полной герметичности и только затем заполняют перегонную колбу жидкостью. Перегонку проводят в защитных очках, а еще лучше в защитной

маске. Во избежание взрыва нельзя перегонять вещества досуха. При выключении системы воздух не должен быстро входить в нее.

Фильтрация при атмосферном давлении.

Фильтрация при атмосферном давлении - наиболее простой и часто применяемый в лабораторной практике способ, не требующий сложных приспособлений. Для этого необходима стеклянная воронка и фильтр. Бумажные фильтры могут быть двух видов - простые и складчатые. Последние применяются чаще, так как имеют большую фильтрующую поверхность, и это намного ускоряет процесс фильтрации.

Простой фильтр можно изготовить так: квадратный кусок фильтровальной бумаги складывают вчетверо и обрезают по окружности таким образом, чтобы готовый фильтр имел вид конуса. При этом размер конуса должен соответствовать размеру фильтровальной воронки и быть на 0,5 см меньше.

Складчатый фильтр имеет более сложную форму. Для его изготовления вначале поступают так же, как и для получения простого фильтра. Затем $\frac{1}{4}$ часть бумаги разгибают и на фильтре, сложенном вдвое, делают сгибы «гармошкой» (рисунок 5).

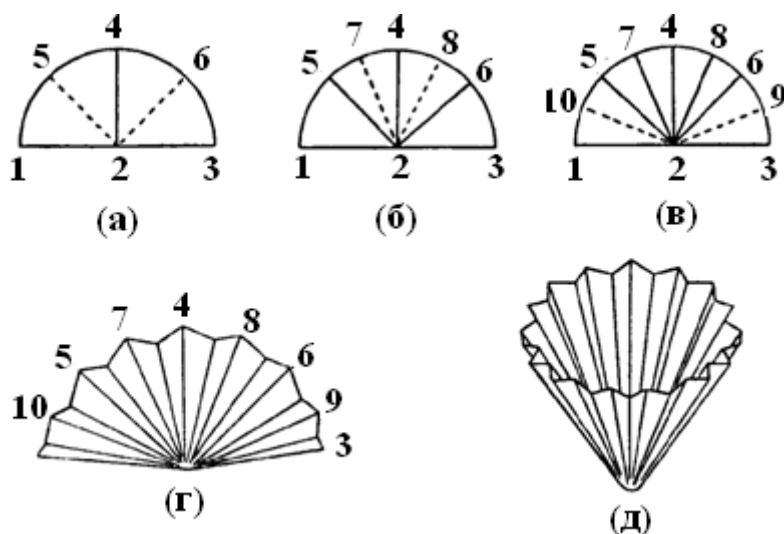
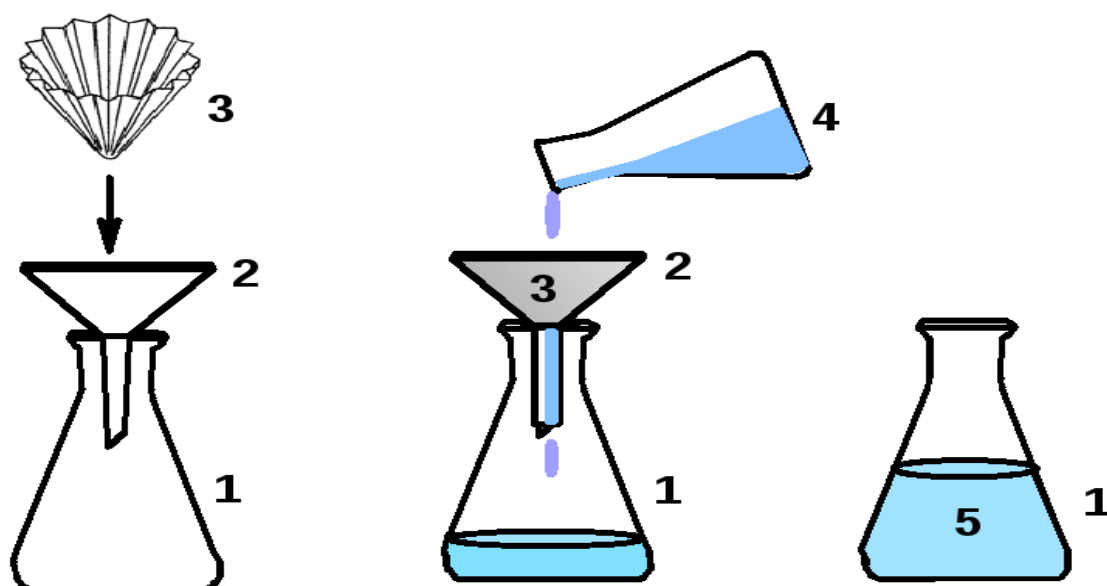


Рисунок 5 - Процесс складывания фильтровальной бумаги «гармошкой»

Фильтр (простой или складчатый) вставляют в воронку, укрепленную в кольце, которое присоединено к штативу зажимом. Под воронку ставят стакан, и прибор для фильтрации холодных растворов готов (рисунок 6).

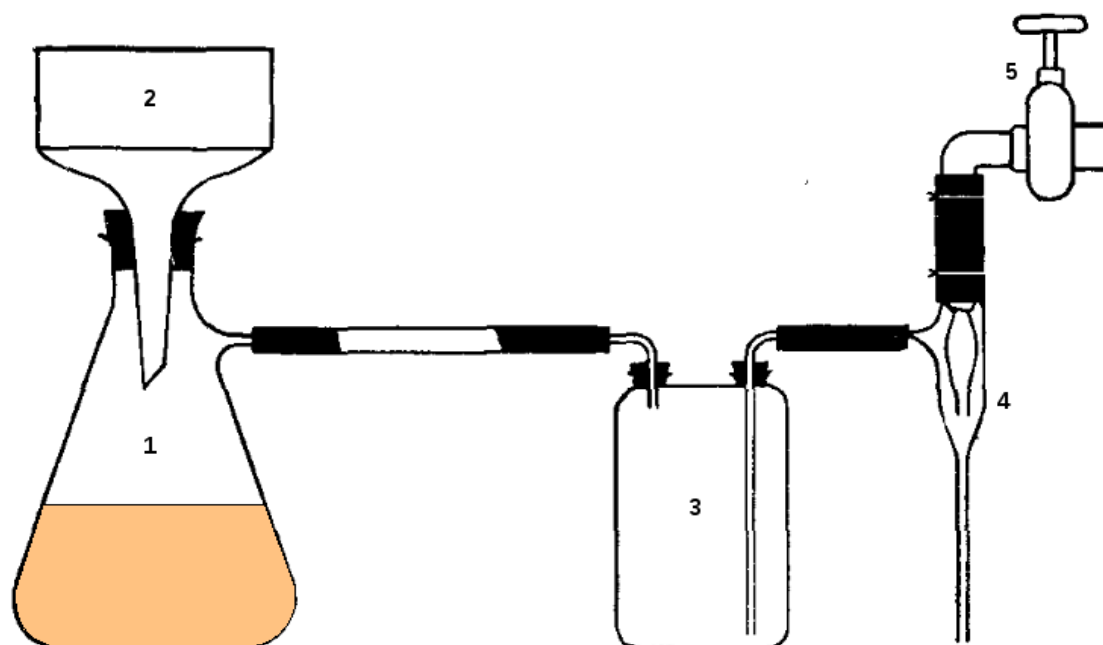


1 – колба Эрленмейера, 2 – стеклянная воронка, 3 – фильтровальная бумага, 4 – суспензия, 5 – фильтрат

Рисунок 6 – Установка для фильтрации при атмосферном давлении

Фильтрация при пониженном давлении.

Фильтрация при пониженном давлении (фильтрация в вакууме, отсасывание) - применяют для ускорения процесса фильтрации. Основным прибором служит НУТЧ-ФИЛЬТР, состоящий из фарфоровой воронки Бюхнера и толстостенная колба Бунзена, соединенная через предохранительную склянку с водоструйным насосом (рисунок 7).



1 – колба Бунзена, 2 – воронка Бюхнера, 3 – предохранительная склянка, 4 – водоструйный насос, 5 – водопроводный кран

Рисунок 7 – Установка для фильтрации в вакууме.

Для предотвращения последствий возможного разрыва колбы Бунзена в ходе фильтрования ее необходимо обернуть полотенцем. На дно воронки Бюхнера кладут бумажный фильтр, смоченный растворителем. Диаметр фильтра должен быть немного меньше внутреннего диаметра воронки, но таким, чтобы фильтр полностью закрывал все отверстия воронки.

Водоструйный насос при нормальном напоре воды может создавать вакуум в 1-2 кПа (8-15 мм рт. ст.). Чтобы в колбу Бунзена случайно не попала вода из водоструйного насоса, между ним и колбой устанавливают предохранительную склянку (некоторые конструкции водоструйных насосов позволяют обходиться без предохранительных склянок).

Фильтруемую жидкость необходимо доливать равномерно, чтобы осадок все время находился под слоем жидкости. Нужно стараться, чтобы осадок не попадал между фильтром и дном воронки Бюхнера, иначе некоторая часть осадка может попасть в колбу Бунзена (рисунок 8).

После окончания фильтрования осадок на фильтре промывают чистым растворителем.

Экстракция

Экстракция - (от лат. *Extraho* — извлекаю) — метод извлечения вещества из раствора или сухой смеси с помощью подходящего растворителя (экстрагента).

Для извлечения из раствора применяются растворители, не смешивающиеся с этим раствором, но в которых вещество растворяется лучше, чем в первом растворителе.

Простейший способ экстракции из раствора — однократная или многократная промывка экстрагентом в делительной воронке. Делительная воронка представляет собой сосуд с пробкой и краном для слива нижнего слоя жидкости. Для непрерывной экстракции используются специальные аппараты — экстракторы или перколяторы.

В лабораторной практике химического синтеза экстракция может применяться для выделения чистого вещества из реакционной смеси или для непрерывного удаления одного из продуктов реакции из реакционной смеси в ходе синтеза.

Чаще всего в лаборатории органической химии экстрагированию подвергают водные растворы. Один из методов состоит в проведении экстрагирования в делительной воронке, в которую наливают раствор, подлежащий экстракции, и экстрагирующую жидкость. При этом воронка должна быть заполнена не более, чем на $\frac{2}{3}$ объема. Обычно объем экстрагирующей жидкости составляет от $\frac{1}{5}$ до $\frac{1}{3}$ объема экстрагируемого раствора. Верхний тубус закрывают пробкой и делительную воронку осторожно встряхивают, придерживая при этом пробку и кран руками. Затем делительную воронку поворачивают пробкой вниз и для выравнивания давления в воронке осторожно открывают кран. В настоящее время производят делительные воронки с отверстием в верхнем тубусе и в пробке. Для выравнивания давления в таких воронках отверстие в верхнем тубусе совмещают с отверстием в пробке. Осторожное встряхивание и выравнивание

давления проводят до тех пор, пока воздушное пространство в делительной воронке не будет насыщено парами растворителя и, следовательно, давление в воронке не будет больше изменяться. Лишь после этого воронку энергично встряхивают в течение 1-2 минут.

Если при встряхивании воронки образуется эмульсия, следует проводить перемешивание слоев путем покачивания воронки. Эмульсию можно разрушить добавлением амилового спирта, насыщением водного раствора поваренной солью или фильтрованием. Однако лучше всего добиться разрушения эмульсии в результате длительного отстаивания.

Затем делительную воронку закрепляют в вертикальном положении и отстаивают до полного разделения слоев. Нижний слой сливают через кран, а верхний сливают через тубус. Следует помнить, что при сливе нижнего слоя верхнее отверстие делительной воронки должно быть открытым.

В том случае, если неясно, какой из слоев водный, каплю жидкости какого-либо слоя добавляют в пробирку с водой. При экстрагировании кислых или щелочных растворов или растворов, содержащих какие-либо едкие вещества, необходимо надевать защитные очки.

Из органических растворителей, широко применяемых для экстрагирования, следует отметить, эфир, бензол, хлористый метилен, хлороформ, четыреххлористый углерод. Для уменьшения растворимости в воде веществ, относительно хорошо в ней растворимых, водные растворы таких соединений.

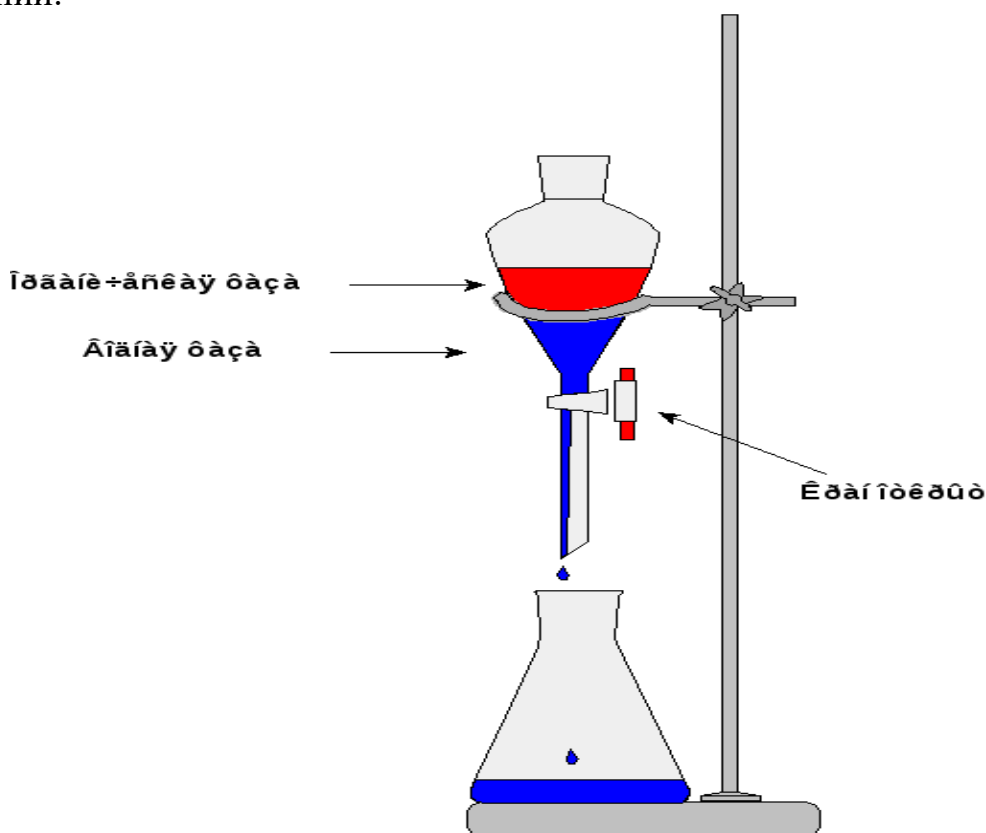


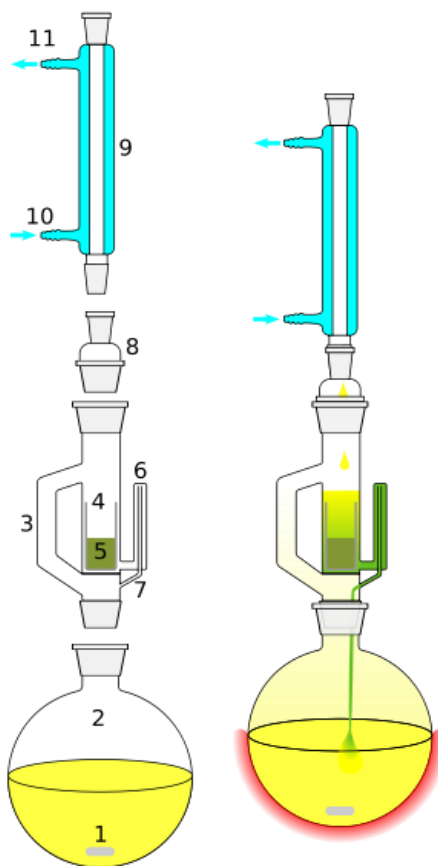
Рисунок 8. Экстракция с использованием делительной воронки

Для того чтобы определить, закончилось экстрагирование или нет, несколько капель последней порции экстракта упаривают на часовом стекле досуха. Если проба испаряется без остатка, экстрагирование прекращают.

Полученные экстракты обычно промывают в делительной воронке щелочными или кислыми водными растворами, а затем водой. Следует всегда помнить, что при промывке экстрактов растворами карбонатов, вследствие выделения углекислого газа, в делительной воронке может создаться повышенное давление. Чтобы избежать этого, делительную воронку в процессе промывки нужно как можно чаще соединять с атмосферой. После промывки экстракты, обычно, сушат подходящим осушителем.

Экстракция в аппарате Сокслета

Хорошо растворимые вещества с трудом извлекаются из растворов. В таких случаях проводят экстрагирование с помощью непрерывно действующих экстракторов в аппаратах Сокслета (рисунок 9).



1 – растворитель, 2 – колба для кипячения экстрагента, 3 – трубка для паров растворителя, 4 – патрон из пористого материала, 5 – сухая смесь, 6 – сифон, 7 – слив сифона, 8 – переходник (если необходимо), 9 – обратный холодильник, 10, 11 – патрубki для холодной воды

Рисунок 9. Экстракция в аппарате Сокслета

Образец 5 погружается в стакан (экстракционную вставку 4) и размещается в экстракторе. Растворитель 1 доводится до кипения и начинает испаряться, попадая через трубку 3 в холодильник 9. Конденсируясь, он стекает в экстрактор и попадает в экстракционную вставку 4, и, извлекая

экстрагируемое вещество 5, увлекает его в колбу 2. Данный процесс повторяется до тех пор, пока все необходимое вещество не будет экстрагировано. Растворитель затем упаривают или отгоняют. Экстрактор Сокслета позволяет достичь максимального извлечения из твердого образца небольшим количеством растворителя.

Ход работы:

Научиться собирать и разбирать лабораторные установки, зарисовать их. Сделать вывод.

6 Лабораторная работа 4

Тема: Определение плотности растворов

Цель: научиться определять плотность растворов ареометром; выполнять интерполяцию

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.1

Теоретические сведения. Плотность жидкости может быть приближенно (с точностью до 0,01) определена с помощью ареометра. Этот метод находит широкое практическое применение при определении относительной плотности серной, азотной и соляной кислот, этилового спирта и др. Достоинствами этого метода являются быстрота определения и возможность использования для анализа вязких жидкостей. К недостаткам метода, помимо невысокой точности, следует отнести необходимость использования относительно большого количества анализируемой жидкости.

Ареометр представляет собой стеклянный тонкостенный цилиндрический сосуд, расширяющийся внизу и имеющий на конце стеклянный резервуар, заполненный дробью, реже ртутью. В верхней части ареометра имеется шкала с делениями, соответствующими относительной плотности жидкости, и указанием температуры, при которой следует производить определение. Имеются ареометры для жидкостей легче и тяжелее воды, для серной кислоты, едких щелочей, а также ряд специальных ареометров для измерения плотности спирта (спиртометр), молока (лактометр) и др. Для повышения точности измерения промышленность выпускает наборы ареометров, шкалы которых охватывают определенный диапазон плотностей.

Испытуемую жидкость поместить в цилиндр емкостью не менее 0,5 л и при температуре жидкости 20^оС осторожно опустить в нее чистый сухой ареометр. Погружать ареометр в жидкость следует осторожно, не выпуская его из рук до тех пор, пока не станет очевидным, что он плавает. При этом ареометр должен находиться в центре цилиндра и ни в коем случае не касаться стенок и дна сосуда. Отсчет производить по делениям шкалы ареометра через 3-4 мин после погружения по нижнему мениску жидкости. В случае определения плотности темнокрашенных жидкостей отсчет производить по верхнему мениску. После определения ареометр моют, вытирают и убирают в специальный футляр.

Зная плотность раствора, по специальным таблицам можно определить массовую долю раствора, и наоборот, зная концентрацию раствора, определить его плотность.

Если в таблице отсутствует необходимое значение величины, то применяют метод интерполяции (нахождение промежуточного значения величины по известным крайним значениям). В данном случае применяется линейная интерполяция: считается, что в узких интервалах зависимость между плотностью и концентрацией линейна. Это является, в некоторой степени, приближением. В действительности возможны и отклонения от линейности.

Допустим, нужно определить плотность 2,3% раствора хлорида натрия. Такой концентрации в таблице нет. Ближайшие значения массовой доли - 2% и 4%, им соответствуют плотности растворов 1,0125 г/см³ и 1,0226 г/см³.

Следовательно, при изменении концентрации на 2%, плотность раствора изменится на

$$1,0226 - 1,0125 = 0,0101 \text{ г/см}^3.$$

Составив пропорцию, найдем, как изменится плотность при изменении концентрации на 0,3%:

$$\begin{array}{l} 2\% \text{ — } 0,0101 \text{ г/см}^3 \\ 0,3\% \text{ — } x \text{ г/см}^3 \end{array}$$

Из пропорции

$$x = 0,0015 \text{ г/см}^3.$$

Прибавив эту величину к значению плотности 2%-ного раствора, получим плотность 2,3%-ного раствора:

$$1,0125 + 0,0015 = 1,0140 \text{ г/см}^3.$$

Ход работы:

Определить плотность раствора при помощи ареометра, по таблице определить процентную концентрацию раствора, если данной плотности в таблице нет, выполнить интерполяцию и определить концентрацию раствора.

Сделать вывод о проделанной работе.

7 Лабораторная работа 5

Тема: Приготовление растворов с массовой долей сухих веществ.

Цель: Научиться определять концентрацию раствора, исходя из количеств компонентов; готовить растворы заданной концентрации.

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.2

Оборудование и реактивы: технические весы, стакан, стеклянная палочка, мерный цилиндр, мерная колба на 100 мл, хлорид натрия NaCl, пищевая сода NaHCO₃, дистиллированная вода.

Теоретические сведения.

Растворами называют гомогенные смеси, состоящие из двух или более компонентов.

Растворитель — это компонент раствора, агрегатное состояние которого не изменяется при образовании раствора, или содержимое которого преобладает над содержанием других компонентов.

Компонентами раствора являются: растворитель и растворенное вещество.

Однако иногда трудно сказать, вещество является растворителем или растворенным веществом, особенно когда оба вещества взаимно растворяются друг в друге в неограниченном количестве (как спирт и вода). В таких случаях растворителем называют то вещество, которого в растворе больше.

Содержание растворенного вещества в растворе называют концентрацией.

Массовой долей растворенного вещества называют отношение массы растворенного вещества к массе раствора.

Расчет массовой доли растворенного вещества $C, \%$, выполнить по формуле

$$C\% = \frac{m_B}{m_{p-ра}} \cdot 100\%, \quad (3)$$

где m_B — масса растворенного вещества, г;

$m_{p-ра}$ — масса раствора, г.

Это понятие аналогично массовой доле вещества в любой смеси, как гетерогенной, так и гомогенной. Массовую долю растворенного вещества выражают в процентах (от 0 до 100%) или долях единицы (от 0 до 1).

Очевидно, что масса раствора складывается из массы растворителя, и массы растворенного вещества:.

Расчет массы раствора $m_{p-ра}$, г, выполнить можно по формуле:

$$m_{p-ра} = m_{p-ра, г} + m_{p-ля}, \quad (4)$$

где m_B — масса растворенного вещества, г;

$m_{p-ля}$ — масса растворителя, г.

Отмерять жидкости взвешиванием не очень удобно, гораздо проще отмерить нужный объем. Чтобы рассчитать массу известного объема раствора, необходимо знать его плотность .

Расчет массы раствора, $m_{p-ра}$, г, по известным объему и плотности выполнить по формуле

$$m_{p-ра} = V \cdot \rho, \quad (5)$$

где V — объем раствора, мл;

ρ — плотность раствора, г/мл.

Как правило, плотность раствора измеряют в граммах на миллилитр (г/мл) или граммах на кубический сантиметр (г/см³), причем численно эти

значения равны, поскольку 1 мл — это объем, равный 1 см³. Необходимо помнить, что плотность чистой воды равна 1 г/мл.

Ход работы:

1 Выполнить предложенные задания.

2 Отчитаться о выполненной работе преподавателю.

Задание 1

Вариант 1

Приготовить 80 г 10% раствора поваренной соли.

Вариант 2

Приготовить 40 г 5% раствора поваренной соли.

Порядок выполнения задания:

- рассчитать массу растворенного вещества и растворителя;
- на технических весах взвесить нужное количество растворяемого вещества;
- мерным цилиндром отмерить нужный объем воды, считая, что плотность воды равна 1 г/мл;
- пересыпать растворяемое вещество в стакан, прилить воду, перемешивая содержимое стеклянной палочкой;
- при полном растворении долить весь растворитель в стакан.
- перелить раствор в склянку, сделать этикетку: написать формулу или название вещества и указать концентрацию раствора.

Рассчитать массу растворенного вещества m_B , г, по формуле:

$$m_B = C \% \cdot m_{p-ра}, \quad (6)$$

где $m_{p-ра}$ – масса раствора, г;

$C \%$ - процентная концентрация раствора, .

$$\begin{aligned} C \% &= 5\% = 0,05 \\ m(\text{NaCl}) &= 0,05 \cdot 40\text{г} = 2\text{г} \end{aligned}$$

Найти массу воды $m(\text{H}_2\text{O})$, г, по разности между массой раствора и массой растворенного вещества:

$$m(\text{H}_2\text{O}) = m_{p-ра} - m_B, \quad (7)$$

где $m_{p-ра}$ – масса раствора, г

m_B – масса растворенного вещества, г.

$$m(\text{H}_2\text{O}) = 40\text{г} - 2\text{г} = 38\text{г}$$

Т.к. плотность воды 1 г/мл

$$\rho(\text{H}_2\text{O}) = 1\text{г/мл}$$

Объем воды $V(\text{H}_2\text{O})$, мл, рассчитать по формуле

$$V(H_2O) = \frac{m}{\rho}, \quad (8)$$

где m – масса воды, г;

V – объем воды, мл.

$$V(H_2O) = \frac{38\text{г}}{1\text{г/мл}} = 38\text{мл}$$

Для приготовления раствора необходимо взвесить 2г соли и отмерить мерным цилиндром 38мл воды.

Варианты индивидуальных заданий

1 Приготовить раствор заданной процентной концентрации по варианту в соответствии с таблицей 6.

Таблица 6 — Массовая доля соли

№ варианта	Название соли	Массовая доля соли, %	Объем раствора, мл.
1	Хлорид натрия	8,0	50
2	Хлорид калия	8,5	40
3	Сульфат натрия	8,0	30
4	Хлорид натрия	10,0	45
5	Хлорид калия	10,5	55
6	Сульфат натрия	10,0	35
7	Хлорид натрия	6,0	60
8	Хлорид калия	6,5	65
9	Сульфат натрия	6,0	75
10	Хлорид натрия	5,0	80
11	Хлорид калия	5,5	60
12	Сульфат натрия	5,0	75
13	Хлорид натрия	2,0	70
14	Хлорид калия	3,0	50
15	Сульфат натрия	2,5	45

Ход работы:

Выполнить необходимые расчеты: определить массу растворенного вещества и объем воды, необходимые для приготовления раствора заданной концентрации.

Приготовить раствор заданной концентрации.

Сделать вывод о проделанной работе.

8 Лабораторная работа 6

Тема: Приготовление растворов молярной и нормальной концентрации из сухих веществ.

Цель: Научиться определять молярную и нормальную концентрации растворов, исходя из количеств компонентов; готовить растворы заданной концентрации.

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.2

Оборудование и реактивы: аналитические весы, стакан, мерная колба на 100 мл, хлорид натрия NaCl, пищевая сода NaHCO₃, дистиллированная вода.

Теоретические сведения. Другим вариантом оценки концентрации раствора является молярная концентрация.

Молярная концентрация — количество растворённого вещества (число молей) в единице объёма раствора. Молярная концентрация в системе СИ измеряется в моль/м³, однако на практике её гораздо чаще выражают в моль/л или ммоль/л. Также распространено выражение «молярности». Возможно другое обозначение молярной концентрации C_M , которое принято обозначать M . Так, раствор с концентрацией 0,5 моль/л называют 0,5-молярным.

Расчет молярной концентрации C_M , моль/л, выполнить по формуле

$$C_M = \frac{n}{V}, \quad (9)$$

где n — количество растворенного вещества, моль;

V — общий объем раствора, л.

Задание 1. Приготовить раствор Na₂CO₃ объемом 100мл, если молярная концентрация равна 0,1 моль/л.

Порядок выполнения задания:

- рассчитать массу растворяемого вещества;
- на аналитических весах взвесить навеску;
- перенести навеску через воронку в мерную колбу;
- прилить в мерную колбу небольшое количество дистиллированной воды и перемешать вращательными движениями до полного растворения. Воду добавлять порциями;

- налить в мерную колбу всю оставшуюся жидкость, чтобы нижний мениск точно находился на делении колбы, закрыть пробкой, хорошо перемешать;

- перелить раствор в склянку;

- сделать этикетку: написать формулу или название вещества и указать концентрацию.

Расчеты:

$$M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 23 \cdot 2 + 12 + 16 \cdot 3 = 106 \text{ г/моль}$$

1000мл 0,1М раствора Na₂CO₃ содержит 0,1 моль Na₂CO₃

100мл раствора Na₂CO₃ содержит x моль Na₂CO₃

$$x = \frac{0,1 \cdot 100}{1000} = 0,01 \text{ моль}$$

Массу Na_2CO_3 m , г, рассчитать по формуле

$$m = M \cdot n, \quad (10)$$

где M – молярная масса Na_2CO_3 , г/моль;

n – количество вещества, моль.

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 106 \text{ г/моль} \cdot 0,01 \text{ моль} = 1,06 \text{ г}$$

Для приготовления 100мл 0,1 М раствора соды необходимо взвесить на аналитических весах 1,06г соды, перенести навеску через воронку в мерную колбу на 100 мл, прилить до половины объема колбы воды, размешать до полного растворения, за тем довести уровень жидкости до метки по каплям, нижний мениск должен совпадать с меткой.

Варианты индивидуальных заданий

Приготовить раствор заданной молярной концентрации

Таблица 7 – Молярная концентрация соли

№ варианта	Название соли	Молярная концентрация	Объем раствора, мл.
1	Хлорид натрия	0,10	250
2	Хлорид калия	0,20	200
3	Сульфат натрия	0,30	250
4	Хлорид натрия	0,25	100
5	Хлорид калия	0,40	100
6	Сульфат натрия	0,60	200
7	Хлорид натрия	0,50	250
8	Хлорид калия	0,80	200
9	Сульфат натрия	0,05	250
10	Хлорид натрия	0,02	100
11	Хлорид калия	0,03	200
12	Сульфат натрия	0,04	250

Задание 2. Приготовить раствор объемом 100 мл соды, если нормальная концентрация раствора 0,2н.

Рассчитать необходимое количество соды для приготовления раствора:

$$1000 \text{ мл} \text{ ----- } 0,2 \text{ эквивалентов}$$

$$100 \text{ мл} \text{ ----- } x \text{ эквивалентов}$$

$$x = \frac{100 \cdot 0,2}{1000} = 0,02 \text{ эквивалентов};$$

$$C_N = 0,02 \text{ н}$$

Рассчитать эквивалентную массу соли:

$$Э(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{M(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{2} = \frac{106}{2} = 53 \text{ г-экв.}$$

Рассчитать массу Na_2CO_3 , m, г, по формуле

$$m = \text{Э} \cdot C_N, \quad (11)$$

где Э – эквивалент Na_2CO_3 ,

C_N – нормальность раствора, н.

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 53 \cdot 0,02 = 1,06 \text{ г}$$

Для приготовления требуемого раствора необходимо взвесить на аналитических весах 1.06г соды, перенести навеску через воронку в мерную колбу на 100 мл, прилить до половины объема колбы воды, размешать до полного растворения, за тем довести уровень жидкости до метки по каплям, нижний мениск должен совпадать с меткой.

Варианты индивидуальных заданий

Приготовить раствор заданной нормальной концентрации

Таблица 8- Нормальная концентрация соли

№ варианта	Название соли	Нормальная концентрация	Объем раствора,мл.
1	Хлорид натрия	0,10	250
2	Хлорид калия	0,20	200
3	Сульфат натрия	0,30	250
4	Хлорид натрия	0,25	100
5	Хлорид калия	0,40	100
6	Сульфат натрия	0,60	200
7	Хлорид натрия	0,50	250
8	Хлорид калия	0,80	200
9	Сульфат натрия	0,05	250
10	Хлорид натрия	0,02	100
11	Хлорид калия	0,03	200
12	Сульфат натрия	0,04	250

Ход работы:

Выполнить необходимые расчеты, приготовить растворы молярной и нормальной концентрации, по полученному заданию. Сделать вывод.

9 Лабораторная работа 7

Тема: Приготовление растворов кислот и щелочей из концентрированных растворов.

Цель: Научиться готовить растворы кислот и щелочей из концентрированных растворов.

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.2

Оборудование и реактивы: аналитические весы, стакан, мерная колба на 100 мл, 250 мл, концентрированные растворы соляной HCl, серной H₂SO₄ кислот, гидроксида натрия NaOH, дистиллированная вода.

Теоретические сведения.

Приготовить раствор разбавлением более концентрированного раствора исходной кислоты или исходной щелочи.

Для определения концентрации раствора исходной кислоты или щелочи необходимо измерить ареометром ее плотность (ρ , г/см³). Для этого концентрированную кислоту или щелочь наливают в цилиндр, опускают в нее ареометр. Отмечают деление шкалы ареометра, совпадающее с нижним мениском жидкости в цилиндре. Это и есть плотность раствора. По таблице 9, определить процентную концентрацию исходной кислоты (С %).

Далее рассчитать (с точностью до десятых долей миллилитра) объем исходной кислоты или щелочи, необходимый для приготовления 100 мл раствора указанной концентрации.

Раствор приготовить в мерной колбе указанного объема. Мерную колбу примерно наполовину заполнить дистиллированной водой. Отобрать вычисленный объем исходной кислоты или щелочи в пипетку и перенести в мерную колбу. Аккуратно довести объем раствора до метки дистиллированной водой. Закрыть колбу пробкой и, придерживая пробку пальцем, тщательно перемешать раствор, переворачивая колбу 8-10 раз вверх дном так, чтобы воздушный пузырь перемещался через всю колбу.

Таблица 9– Плотность растворов некоторых кислот и оснований при 20°C

Массовая доля, %	H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	NaOH	NH ₄ OH
2	1.012	1,009	1.008	1,021	0.990
4	1,025	1,020	1,018	1,043	0,981
6	1,038	1,031	1,023	1,065	0,973
8	1,052	1,043	1,038	1,087	0,965
10	1,066	1,054	1,047	1,109	0,958
12	1,080	1,066	1,057	1,131	0,950
14	1,095	1,078	1,069	1,153	0,943
16	1,109	1,090	1,078	1,175	0,936
18	1,124	1,103	1,088	1,197	0,930
20	1,139	1,115	1,098	1,219	0,923
22	1,155	1,128	1,108	1,241	0,916
24	1,170	1,140	1,119	1,263	0,910
26	1,186	1,153	1,129	1,285	0,904

Продолжение таблицы 9.

28	1,202	1,167	1,139	1,306	0,898
30	1,219	1,180	1,149	1,328	0,892
32	1,235	1,193	1,158	1,349	0,886
34	1,252	1,207	1,169	1,370	
36	1,268	1,221	1,179	1,390	
38	1,286	1,234	1,189	1,410	
40	1,303	1,246	1,198	1,430	
42	1,321	1,259		1,449	
44	1,337	1,272		1,469	
46	1,357	1,285		1,487	
48	1,376	1,298		1,507	
50	1,395	1,310		1,525	
52	1,415	1,322		1,543	
54	1,435	1,334			

Определить концентрацию кислоты методом титрования

Перед началом титрования бюретку сполоснуть раствором щелочи, выданным для работы. Нормальность раствора щелочи указана на этикетке склянки.

Заполнить бюретку щелочью несколько выше нулевого деления. Установить уровень щелочи (по нижнему мениску) на нулевом делении бюретки.

Провести титрование. Для этого в пипетку с помощью груши набрать 10 мл (аликвотную часть) приготовленного раствора кислоты. Из пипетки кислоту вылить в коническую колбу для титрования, внести туда 2-3 капли индикатора фенолфталеина. Из бюретки по каплям прилить щелочь, постоянно перемешивая содержимое колбы круговыми движениями. Титрование провести с использованием белого экрана. Как только раствор станет от прибавления одной капли щелочи бледно-розовым, добавление щелочи прекратить и записать объем щелочи, пошедший на титрование.

Титрование повторить еще два раза. Каждый раз перед титрованием новой пробы кислоты долить щелочь в бюретку до нулевой отметки. После каждого титрования объем щелочи с точностью до десятых долей миллилитра записать в таблицу. Эти объемы не должны отличаться более чем на 0,1 мл. Если результаты титрования отличаются на большую величину, титрование следует повторить.

Рассчитать нормальную концентрацию приготовленного раствора кислоты, используя закон эквивалентов: вещества взаимодействуют друг с другом в эквивалентных количествах, т.е. число эквивалентов щелочи, пошедшее на титрование $V_{щ} \cdot N_{щ}$, равно числу эквивалентов кислоты, взятой для анализа $V_k \cdot N_k$:

$$V_{\text{щ}} \cdot N_{\text{щ}} = V_{\text{к}} \cdot N_{\text{к}}, \quad (12)$$

Число эквивалентов растворенного вещества в данном объеме раствора V равно произведению объема раствора на его нормальность,

где $V_{\text{щ}}$ - объем раствора щелочи, л;

$V_{\text{к}}$ - объем раствора кислоты, л;

$N_{\text{щ}}$ - нормальность раствора щелочи, экв./л.

$N_{\text{к}}$ - нормальность раствора кислоты, экв./л.

Тогда $N_{\text{к}}$ (экв./л) можно определить по формуле:

$$N_{\text{к}} = \frac{V_{\text{щ}} N_{\text{щ}}}{V_{\text{к}}}, \quad (13)$$

где $N_{\text{щ}}$ - нормальная концентрация щелочи, экв./л

$V_{\text{щ}}$ - средний объем щелочи, пошедший на титрование, л;

$V_{\text{к}}$ - объем кислоты, взятый для титрования (объем пипетки), л.

Расчет концентрации кислоты произвести с точностью до четвертого знака после запятой.

При оформлении результатов опыта:

- записать плотность ($\rho_{\text{исх}}$) и процентную концентрацию ($C_{\text{исх}}, \%$) исходного раствора.

- привести расчет объема исходной кислоты ($V_{\text{исх}}$), необходимого для приготовления заданного раствора,

- записать объем кислоты, взятый для титрования (объем пипетки, $V_{\text{а}}$), нормальность раствора щелочи $N_{\text{щ}}$. Затем заполнить таблицу 10.

- объем щелочи, пошедший на каждое титрование, $V_{\text{щ}}$, мл

- средний объем щелочи, $V_{\text{щ ср}}$, мл

- рассчитать нормальность кислоты.

- сделать вывод.

10. Лабораторная работа 8

Тема: Приготовление растворов заданной концентрации путем смешивания растворов более высокой и более низкой концентрации.

Цель: Научиться готовить растворы путем смешивания растворов более высокой и более низкой концентрации.

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.1

Оборудование и реактивы: аналитические весы, стакан, мерная колба на 100 мл, 250 мл, концентрированные растворы соляной HCl , серной H_2SO_4 кислот, гидроксида натрия NaOH , дистиллированная вода.

Теоретические сведения.

Раствор можно готовить, непосредственно вводя рассчитанное количество вещества в растворитель, или путем разбавления более концентрированных растворов до требуемого значения концентрации.

Пример. Приготовить 100г 36% раствора H_3PO_4 , смешав 44% и 24% растворы этой кислоты.

Обозначим через x количество граммов 44% раствора, которое следует добавить к $(100-x)$ граммам 24% раствора для получения 100г 36% раствора H_3PO_4 . Составим уравнение:

$$0,44x + (100 - x) \cdot 0,24 = 100 \cdot 0,36$$

$$\text{откуда, } x = \frac{36-24}{0,44-0,24} = 60$$

Следовательно, необходимо взять 60г 44% H_3PO_4 раствора и $100 - x = 40$ г 24% раствора.

Выполнение опыта. Приготовить 250 мл 10% раствора хлорида натрия, имея в своем распоряжении 15% и 5% раствор NaCl .

Учитывая плотности приготавливаемого и исходных растворов рассчитать объемы 15 % и 5 % раствора (см. пример). Отмерить вычисленные объемы исходных растворов, слить в колбу на 250 мл, закрыть колбу пробкой и тщательно перемешать раствор, перевернув колбу несколько раз вверх дном. Отлить часть раствора в цилиндр, измерить ареометром плотность приготовленного раствора и по табл.1 найти его концентрацию (в %). Установить расхождение практически полученной концентрации с заданной.

Приготовление водного раствора хлорида натрия, определение массовой доли и расчет навески.

Получить навеску соли хлорида натрия у преподавателя. При помощи воронки перенести данную навеску в мерную колбу емкостью 250 мл. Промывалкой обмыть внутреннюю часть воронки небольшим количеством воды. Растворить соль в воде. Затем, добавляя воду небольшими порциями, довести уровень воды в колбе до метки, закрыть колбу пробкой и тщательно перемешать, переворачивая вверх дном.

Замерить плотность полученного раствора ареометром. Для этого раствор перелить в мерный цилиндр. Уровень жидкости должен быть ниже края цилиндра на 3-4 см. Осторожно опустите ареометр в раствор. Ареометр не должен касаться стенок цилиндра. Отсчет плотности по уровню жидкости производить сверху вниз. По таблице 1 найдите и запишите массовую долю (в %) раствора, отвечающую этой плотности. Рассчитать количество хлорида натрия взятого для приготовления 250мл раствора.

Пример. Пусть плотность приготовленного раствора хлорида натрия $\rho = 1,0053 \text{ г/см}^3$.

Это соответствует 1% концентрации раствора. Следовательно, в 100г раствора содержится 1г NaCl. Определим массу m (г) 250 мл раствора по формуле

$$m = V \cdot \rho, \quad (14)$$

где V - объем раствора, мл;
 ρ – плотность раствора, г/мл.

$$m = 250 \text{ мл} \cdot 1,0053 \text{ г/мл} = 201,315 \text{ г}$$

Исходя из того, что в 100г раствора содержится 1г NaCl, узнаем, сколько грамм NaCl содержится в 201,315г раствора:

$$\begin{array}{l} 100 \text{ г раствора} - 1 \text{ г NaCl} \\ 201,315 \text{ г раствора} - x \text{ г NaCl} \end{array}$$

$$x = \frac{201,315 \text{ г} \cdot 1 \text{ г}}{100 \text{ г}} = 2,0131 \text{ г NaCl}$$

Таким образом, была взята навеска NaCl массой 2,0131г.

Ход работы.

Получить задание, приготовить раствор, сделать вывод о проделанной работе.

11. Лабораторная работа 9

Тема: Приготовление точных растворов из химически чистых веществ.

Цель: Научиться готовить точные растворы из химически чистых веществ.

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.2

Оборудование и реактивы: аналитические весы, стакан, мерная колба на 100 мл, 250 мл, концентрированные растворы соляной HCl, серной H₂SO₄ кислот, гидроксида натрия NaOH, дистиллированная вода.

Теоретические сведения. Для приготовления раствора требуемой концентрации из х.ч. вещества растворяют строго определенную навеску вещества в небольшом количестве воды. Полученный раствор разбавляют до определенного объема.

Пример. Чтобы приготовить 0,1н раствор Na₂CO₃ ($\text{Э} = 53$), взвесить на аналитических весах 5,300г х.ч. Na₂CO₃. Перенести навеску в мерную колбу на 1л и растворить ее в небольшом количестве воды. Довести объем раствора до метки, плотно закрыть пробкой, хорошо перемешать.

В тех случаях, когда вещество, применяемое для приготовления раствора, строго соответствует химической формуле ($K_2Cr_2O_7$, $AgNO_3$, $KBrO_3$) и является химически чистым, массу навески этого вещества можно рассчитать в соответствии с заданной нормальностью раствора и взвесить на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002г.

Массу навески m , г. рассчитывают по формуле:

$$m = V \cdot N \cdot \Xi, \quad (15)$$

где V – заданный объем раствор, мл;

N – заданная нормальность раствора, н;

Ξ – эквивалент вещества.

Рассчитанную массу вещества помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают.

В тех случаях, когда вещество не может быть получено в чистом виде, или когда оно отличается неустойчивостью (легко теряет кристаллизационную воду, подвергается действию CO_2 из воздуха, вступает во взаимодействие с примесями, содержащимися в воде и т.д.), из него готовят растворы приблизительной концентрации (берут навеску на технических весах с точностью до 0,01г). Проверяют концентрацию приготовленного раствора и выводят коэффициент поправки (K).

Если требуется получить раствор определенной нормальности, можно приготовить сначала раствор более высокой концентрации, чем требуется, концентрации и установить его нормальность, а затем рассчитать, какое количество воды следует прибавить к 1л этого раствора, чтобы получить раствор необходимой концентрации. Прибавив это количество воды, раствор тщательно перемешивают и дополнительно проверяют его нормальность титрованием.

Пример. Сколько воды необходимо прибавить к 1л 0,125н раствора щелочи, чтобы получить 0,1н раствор?

По закону эквивалентов

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2, \quad (16)$$

где V_1 - объем щелочи первоначальный, л;

N_1 - нормальность щелочи первоначальная, н;

V_2 – общий объем раствора после разбавления, л;

N_2 – нормальность щелочи после разбавления, н.

Можно рассчитать какой должен стать общий объем V_2 , мл, после добавления к раствору воды по формуле:

$$V_2 = \frac{V_1 N_1}{N_2} \quad (17)$$

$$V_2 = \frac{1 \cdot 0,125}{0,1} = 1,25 \text{ л}$$

Тогда объем $V(\text{H}_2\text{O}) = 1,25 \text{ л} - 1 \text{ л} = 0,25 \text{ л} = 250 \text{ мл}$

Следовательно, чтобы из 1 л 0,125 н раствора щелочи получить 0,1 н раствор к 1 л имеющегося раствора необходимо добавить 250 мл воды.

Ход работы :

Приготовить раствор заданной концентрации. Выполнить необходимые расчеты, сделать вывод о проделанной работе.

12 Лабораторная работа 10

Тема: Приготовление точных растворов из фиксаналов.

Цель: Научиться готовить растворы из фиксаналов.

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.2

Оборудование и реактивы: аналитические весы, стакан, мерная колба на 100 мл, 250 мл, концентрированные растворы соляной HCl , серной H_2SO_4 кислот, гидроксида натрия NaOH , дистиллированная вода.

Теоретические сведения. Фиксаналы, или стандарт-титры, представляют собой точно отвешенное количество реактива или его раствора, запаянного в стеклянную ампулу. Как правило, в каждой ампуле содержится 0,1 эквивалента вещества. При количественном перенесении содержимого подобной ампулы в мерную колбу на 1 л и доведении объема раствора водой до метки при 20 °С получаются точно 0,1 н. растворы.

Выпускаются фиксаналы HCl , H_2SO_4 , NaOH , KOH , Na_2CO_3 , NaCl , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, KSCN , NaSCN , и др.

Фиксаналы рекомендуется применять во всех случаях, когда требуется быстро приготовить точный рабочий раствор, не прибегая к взвешиванию.

Вначале теплой водой смывают надпись на ампуле и хорошо обтирают ее чистым полотенцем. В мерную колбу вместимостью 1 л вставляют воронку с вложенным в нее стеклянным бойком (обычно прилагается к каждой коробке фиксанала), острый конец которого должен быть обращен вверх. Ампулу с фиксаналом разбивают об острый конец бойка.

После этого другим стеклянным бойком пробивают верхнее углубление ампулы и дают содержимому вытечь. Не меняя положения ампулы, в образовавшееся верхнее отверстие вставляют оттянутый в капилляр и изогнутый вверх конец трубки промывалки и сильной струей промывают ампулу изнутри. Затем струей воды из промывалки хорошо промывают наружную поверхность ампулы и воронку с бойком. Удалив ампулу из воронки, доводят уровень жидкости в колбе до метки. Колбу плотно закрывают и тщательно перемешивают раствор.

При пользовании фиксаналом 0,1 н. йода перед вскрытием ампулы необходимо поместить в мерную колбу 30-40 г KI для полного растворения йода.

Ампулы с фиксанами твердых веществ ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, NaCl, KMnO_4 и др.) вскрывают так же, как описано выше, но воронка должна быть совершенно сухая. Когда ампула разбита, содержимое ее осторожным встряхиванием высыпают в колбу, ампулу и воронку тщательно промывают дистиллированной водой.

Фиксанал AgNO_3 при обычных условиях хранения через 2-3 года темнеет. Фиксаналы большинства других твердых веществ и кислот могут храниться неопределенно долгое время.

Фиксаналы NaOH, KOH пригодны только в течение 6 месяцев со дня их выпуска. Помутнение щелочных растворов - признак их порчи.

Рабочие растворы с точной концентрацией должны быть по возможности свежеприготовленными. Исключение составляют растворы KMnO_4 , титр которых следует устанавливать не ранее чем через 3-4 дня после их приготовления.

При хранении рабочих растворов следует периодически проверять их концентрацию. Рабочие растворы щелочей и тиосульфата натрия следует защищать от действия CO_2 (хлоркальциевые трубки с натронной известью или аскаритом).

Сосуды с рабочими растворами должны иметь четкие надписи с указанием вещества, нормальности, поправочного коэффициента, даты изготовления и даты проверки концентрации.

Ход работы:

Приготовить раствор из фиксанала, согласно полученному заданию. Сделать вывод о проделанной работе.

13. Лабораторная работа 11

Тема: Перекристаллизация щавелевой кислоты.

Цель: освоение метода очистки органических соединений с помощью перекристаллизации на примере щавелевой кислоты.

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.2

Реактивы и оборудование: щавелевая кислота, стакан, воронка, фильтровальная бумага, воронка Бюхнера, колба Бунзена, вакуумный насос.

Сущность метода: перекристаллизация - один из самых эффективных методов очистки твердых соединений. Этот метод основан на различной растворимости химических соединений в горячем и холодном растворителе или на изменении концентрации раствора.

Растворимость большинства органических соединений существенно зависит от температуры растворителя: с увеличением температуры —

увеличивается растворимость. В итоге в горячем растворителе удастся растворить большее количества вещества, чем может содержать тот же самый растворитель при низкой температуре. И, при охлаждении, из насыщенного при высокой температуре раствора выпадает "лишнее" вещество.

Перекристаллизация – один из наиболее удобных и простых методов очистки и выделения веществ. Он основан на различии растворимости компонентов смеси. Если в смеси имеются примеси (загрязнения), то по отношению к ним раствор будет ненасыщенным даже при понижении температуры, а потому примеси не выпадут в осадок.

Для перекристаллизации важно правильно выбрать растворитель. Вещество должно хорошо растворяться в растворителе при нагревании и плохо при охлаждении, растворитель не должен взаимодействовать с ними, легко удаляться с поверхности кристаллов. Растворимость основного продукта должна сильно отличаться от растворимости загрязняющих примесей.

Ход работы:

Поместить в стаканчик 2 г загрязненной щавелевой кислоты, добавить 15 мл дистиллированной воды и нагреть на кипящей водяной бане до полного растворения кислоты. Если кислота не растворится, следует добавить 1-1,5 мл горячей дистиллированной воды. Горячий раствор отфильтровать через складчатый фильтр с помощью воронки для горячего фильтрования. Фильтр промыть небольшим количеством (1мл) горячей воды. Фильтрат поставить на 5-10 мин в баню со льдом для кристаллизации.

Выпавшие кристаллы щавелевой кислоты отфильтровать на воронке Бюхнера с помощью водоструйного насоса. Кристаллы промыть небольшим количеством ледяной воды (1-1,5 мл), хорошо просушить в сушильном шкафу при 500С до постоянного веса и взвесить.

Массовую долю выхода С, %, рассчитать по формуле:

$$C\% = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100\% , \quad (18)$$

где m_1 – масса перекристаллизованного продукта;

m_2 – масса кислоты, взятой на перекристаллизацию.

14. Лабораторная работа 12

Тема: Установка титра раствора по исходному веществу.

Цель: научиться устанавливать титр раствора по исходному веществу.

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.2

а) приготовить раствор буры. Стандартный раствор буры готовится в мерной колбе ёмкостью 100 мл. Молярная масса буры $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

381,4г/моль. Одна молекула буры реагирует с двумя молекулами соляной кислоты HCl, т.е. с двумя ионами водорода, поэтому эквивалент буры

$$\text{Э}(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 381,4/2 = 190,7\text{г},$$

$$C_N = 0,1\text{н}, V = 0,1\text{л}$$

Рассчитать массу навески буры m , г, по формуле

$$m = N \cdot \text{Э} \cdot V, \quad (19)$$

где N – нормальность раствора, н;

Э – эквивалент буры;

V – объем раствора, л.

$$m = 190,7 \cdot 0,1 \cdot 0,1 = 1,907\text{г}$$

Для приготовления 100 мл 0,1н раствора требуется 1,907г тетрабората натрия. Поместить в бюкс предварительно взвешенное на технических весах количество буры $m_{\text{тех}} = 2\text{г}$, точно взвесить бюкс на аналитических весах, записать массу навески буры.

Осторожно пересыпать её через сухую воронку в тщательно вымытую мерную колбу емкостью 100 мл. Бюкс и воронку ополоснуть водой. Не убирая воронки добавить в колбу 2/3 объёма горячей дистиллированной воды (воду предварительно нагрели в термостойком стакане на плитке), вынуть воронку и перемешать раствор до полного растворения буры. После охлаждения разбавить раствор дистиллированной водой точно до метки. После этого тщательно перемешать содержимое колбы.

Вычислить титр раствора T , г/мл, по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \quad (20)$$

где m -навеска буры, г;

V - объем раствора, мл.

Рассчитать нормальность раствора N , н, по формуле:

$$N = \frac{T \cdot 1000}{\text{Э}}, \quad (21)$$

где T – титр раствора, г/мл;

Э – буры.

б) приготовить раствор соляной кислоты. Рассчитать сколько концентрированной соляной кислоты (34,6%, $\rho \text{ HCl} = 1,162\text{г/см}^3$) необходимо отмерить для приготовления 0,5 л 0,14н раствора HCl m , г, по формуле

$$m = \text{Э} \cdot N \cdot V, \quad (22)$$

где Э – эквивалент HCl,
N - нормальность HCl, н;
V - объем раствора, мл.

$$m(\text{HCl}) = 36,5 \cdot 0,5 \cdot 0,14 = 2,555 \text{ г}$$

Составить пропорцию:

В 100 г раствора кислоты 34,6 г чистого HCl
В x г раствора - 2,555 г чистого вещества

$$x = 7,384 \text{ г чистого HCl}$$

Рассчитать объем кислоты V, мл, по формуле

$$V = \frac{m}{\rho}, \quad (23)$$

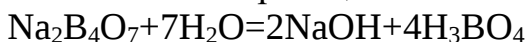
где m – масса раствора кислоты, г;
 ρ – плотность раствора кислоты, г/мл.

$$V = \frac{7,384}{1,162} = 6,4 \text{ мл}$$

Отмерить пипеткой 6,4 мл исходной кислоты в мерную колбу на 500 мл, предварительно налить туда небольшое количество дистиллированной воды, довести дистиллированной водой до метки. Полученный раствор тщательно перемешать.

в) титрование.

Титр стандартизованного раствора HCl установить с помощью исходного вещества $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ по реакции:



Наполнить тщательно вымытую дистиллированной водой бюретку почти доверху приготовленным раствором 0,14 н HCl, затем освободить от пузырьков воздуха резиновую трубку бюретки.

В чистую коническую колбу перенести пипеткой 10 мл приготовленного стандартного раствора буры. Прибавить к нему 2 капли раствора метилового оранжевого.

В другой колбе приготовить «свидетель». Для этого отмерить цилиндром 20 мл дистиллированной воды, перелить в колбу для титрования, добавить 2 капли метилового оранжевого и одну каплю кислоты из бюретки так, чтобы появилось розовое окрашивание раствора.

После этого установить уровень раствора HCl в бюретке на нуле. Поставить колбу с раствором под бюретку на лист белой бумаги и понемногу прикапывать раствор из бюретки, все время помешивая титруемый раствор плавными круговыми движениями колбы. Добившись перемены окраски от одной капли HCl, сделать отсчет по бюретке и записать его.

Титрование проводить трижды, каждый раз беря новую порцию раствора и устанавливая каждый раз уровень кислоты в бюретке на нуле, получить результаты:

$V_1(\text{HCl}) = \dots$ мл;

$V_2(\text{HCl}) = \dots$ мл;

$V_3(\text{HCl}) = \dots$ мл

$V_{\text{ср.}}(\text{HCl}) = \dots$ мл

г) вычисления.

Вычислить нормальность приготовленного раствора соляной кислоты N , n , по формуле

$$N = \frac{V_6 \cdot N_6}{V_K}, \quad (24)$$

где V_6 – объем буры, мл;

N_6 – нормальность буры, n ;

V_K – объем кислоты, мл.

Вычислить титр приготовленного раствора соляной кислоты T , г/мл по формуле:

$$T = \frac{N \cdot \Xi}{1000}, \quad (25)$$

где N – нормальность кислоты, n ;

Ξ – эквивалент кислоты.

Сделать вывод о проделанной работе.

15 Лабораторная работа 13

Тема: Определение коэффициента поправки для раствора.

Цель: научиться определять коэффициент поправки раствора.

Формируемые компетенции: ОК 1-2,4. ПК 5.2

Для определения поправочного коэффициента к концентрации раствора NaOH или KOH раствор налить в бюретку, а в коническую колбу емкостью 100-150 мл отобрать пипеткой 20-25 мл раствора перекристаллизованной щавелевой или янтарной кислоты концентрацией эквивалента 0,1 моль/л, добавить к нему 2-3 капли 1%-го спиртового раствора фенолфталеина и титровать испытуемым раствором щелочи, приливая его из бюретки при постоянном помешивании.

Вначале щелочь приливать более или менее значительными порциями, а под конец – осторожно по каплям до розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Для большей точности работы колбу ставят на белую бумагу. Капли или брызги раствора со стенок тщательно смыть. Титрование повторить

2-3 раза и за результат взять среднее арифметическое, расхождения между параллельными титрованиями не должно превышать 0,1 мл .

Затем определить поправочный коэффициент К к титру раствора щелочи по формуле

$$K = \frac{V_K}{V_{щ}}, \quad (26)$$

где V_K - объем взятой щавелевой или янтарной кислоты, мл ;

$V_{щ}$ —объем раствора щелочи, пошедшей на титрование, мл .

Если поправочный коэффициент больше 1,0, то концентрация раствора щелочи выше, чем 0,1моль/л , если поправочный коэффициент меньше 1,0, то концентрация раствора щелочи ниже, чем 0,1моль/л.

В дальнейшем при анализах для приведения раствора щелочи, к концентрации точно 0,1моль/л, количество щелочи, пошедшей на титрование необходимо умножить на поправочный коэффициент (К). Для определения поправочного коэффициента раствора щелочи можно использовать раствор соляной или серной кислоты молярной концентрацией эквивалента 0,1моль/л приготовленный из фиксаналя.

Аналогично можно определить поправочный коэффициент к концентрации раствора кислоты, используя для титрования раствор щелочи NaOH или KOH молярной концентрацией эквивалента 0,1моль/л . В качестве индикатора применяется раствор бромтимолового синего.

Заключение

Методические указания разработаны с учетом требований ФГОС по ПМ05 «Выполнение работ по одной или нескольким профессиям рабочих, должностям служащих», для студентов 2 курса специальности 18.02.12. В пособии изложены основы физико - химических методов анализа..

Выполнение лабораторных работ позволяет студентам получить знания и умения, предусмотренные ФГОС. Лабораторные работы проводятся, как правило, студентами индивидуально, а также делением на малые группы. В результате студенты приобретают навыки корректно взаимодействия с обучающимися и преподавателями. Учатся соблюдать правила техники безопасности в химической лаборатории, отрабатывают навыки обращения с лабораторным оборудованием и реактивами, нормы этикета и профессиональной этики.

Список использованных источников.

Книги

1 Апарнев А.И. Общая и неорганическая химия. Лабораторный практикум: учеб. пособие для СПО / А.И. Апарнев, А.А. Казакова, Л.В. Шевницына. – М.: Издательство Юрайт, 2019 – С.160.

2 Афиногенова И.В. Химия: учебник и практикум для среднего профессионального образования / И.В. Афиногенова,, А.В. Бабков, В.А. Попков. – М.: Издательство Юрайт, 2019 – С.291.

3 Габриелян О.С., Остроумов И.Г., Сладков С.А., Дорофеева Н.М. Практикум: учеб. пособие для студентов учреждений сред. проф. образования. – Дрофа, 2021

4 Подшивалова А.К. Химия: учебное пособие / А.К. Подшивалова; Иркут. гос. ун-т им. им.А.А. Ежовского. – Молодежный: Изд-во ИрГАУ, 2022 – С.264.