

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Романчук Иван Сергеевич

Должность: Ректор

Дата подписания: 07.10.2023 11:06:58

Уникальный программный ключ:

6319edc2b582ffdacea443f01d5779368d0957ac34f5cd074d81181530452479

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

Федеральное государственное автономное образовательное

учреждение высшего образования

ТЮМЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ИНСТИТУТ ХИМИИ

КАФЕДРА НЕОРГАНИЧЕСКОЙ И ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Н. А. Хритохин, Г. М. Можяев, А. В. Кертман, Т. Г. Шиблева

ОБЩАЯ ХИМИЯ

Учебно-методический комплекс.
Методические указания по выполнению лабораторных работ
для студентов 1 курса
направления 04.03.01 «Химия»

Тюмень

Издательство

Тюменского государственного университета

2019

УДК 54(075)

ББК

Н. А. Хритохин, Г. М. Можаяев, А. В. Кертман, Т. Г. Шиблева. Общая химия: учебно-методический комплекс. Методические указания по выполнению лабораторных работ для студентов 1 курса направления 04.03.01 «Химия». Тюмень: Издательство Тюменского государственного университета. 2019. 47 с.

Учебно-методический комплекс написан в соответствии с рабочей программой курса «Общая химия», читаемого студентам 1 курса Института химии направления 04.03.01 «Химия». Данный выпуск содержит описание занятий, предназначенных для знакомства с основными навыками работы в химической лаборатории: сборкой простейших приборов, приготовлением растворов, методами синтеза, разделения и очистки веществ, их исследованию и определению. Приведены краткие теоретические сведения по некоторым разделам курса, даны контрольные вопросы.

Рабочая учебная программа дисциплины опубликована на сайте ТюмГУ: Общая химия [электронный ресурс] / Режим доступа: <https://op.utmn.ru/> свободный.

Рекомендовано к изданию кафедрой неорганической и физической химии. Утверждено первым проректором по учебной работе Тюменского государственного университета.

ОТВЕТСТВЕННЫЙ ЗА ВЫПУСК: О. В. Андреев, зав. кафедрой неорганической и физической химии, д-р хим. наук, проф.

РЕЦЕНЗЕНТЫ: Л. А. Пимнева, зав. кафедрой общей и специальной химии, д-р хим. наук, проф.

Г. Н. Шигабаева, доцент кафедры органической и экологической химии ТюмГУ, канд. хим. наук

© ФГАОУ ВО Тюменский государственный университет, 2019

© Н. А. Хритохин, Г. М. Можаяев, А. В. Кертман, Т. Г. Шиблева, 2019

Лабораторная работа № 1

ПРОСТЕЙШЕЕ ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ И ПРАВИЛА РАБОТЫ

Простейшее лабораторное оборудование

Познакомьтесь с представленным оборудованием, запишите название и применение (см. рис. 1).

Пробирки (рис. 1а) - применяются для проведения реакций с небольшими количествами веществ. Кроме обычных, используют также конические пробирки. При нагревании веществ в пробирке применяют пробиркодержатели.

Колбы (рис. 1б) - для проведения реакций с большими (до нескольких литров) количествами веществ. Бывают различных размеров и форм: плоскодонные, круглые и конические (колбы Эрленмейера); круглодонные. Специальные колбы: колба Вюрца – круглодонная, с боковым отводом (рис. 2а) – для перегонки жидкостей, реакций с выделением газов; колба Бунзена – коническая, толстостенная (рис. 6б) для фильтрования при пониженном давлении и другие.

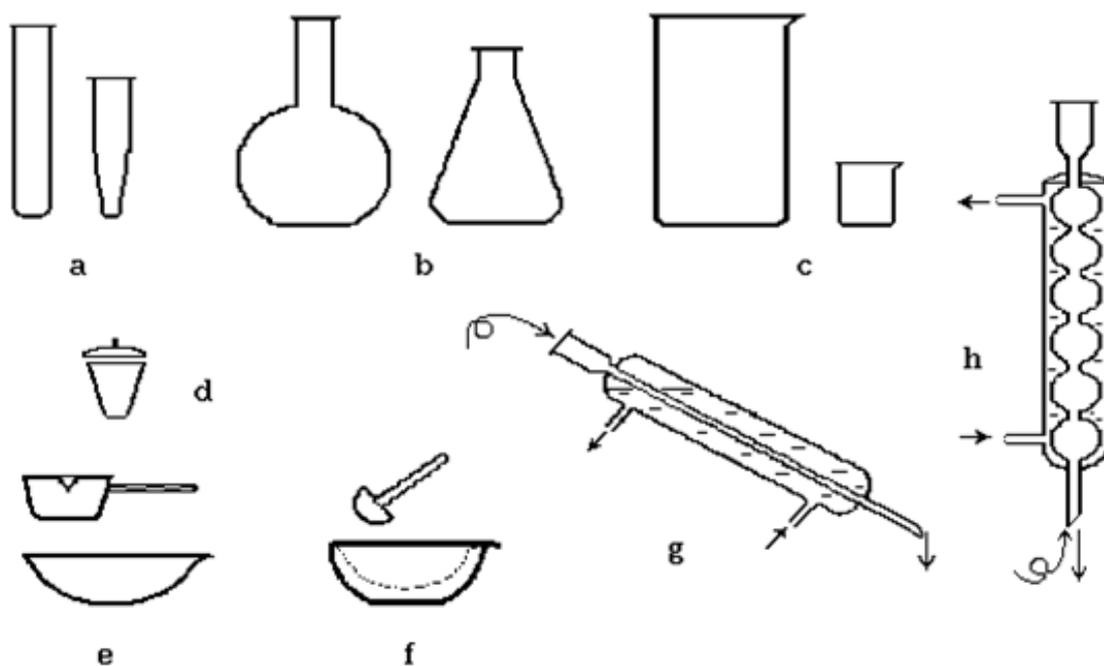


Рис. 1. Лабораторная посуда. Холодильники

Стаканы (рис. 1с) - применяются в том случае, если реакционную смесь нет необходимости закрывать, для приготовления растворов. Могут быть тонко- и толстостенные, различной термостойкости. Следует помнить, что толстостенная посуда (стаканы, колбы, склянки) не термостойка и не может применяться, если реакция проводится при нагревании или сопровождается выделением большого количества тепла.

Фарфоровые чашки (рис. 1е) - обычно применяются для выпаривания растворов, высушивания веществ, они тонкостенные, термостойкие, но хрупкие. Для проведения реакций при очень высокой температуре используют фарфоровые **тигли** (рис. 1d).

Ступки (рис. 1f) - для растирания веществ. Они толстостенные, прочные, но не термостойкие, их нельзя использовать для нагревания. При измельчении веществ пестиком не ударяют по кускам вещества, а растирают их вращательными движениями.

Лабораторный штатив служит для сборки достаточно сложных приборов. Для закрепления отдельных частей прибора применяют различные лапки и кольца, при этом следует соизмерять прилагаемые усилия и прочность детали, часто стеклянной. Зажимая лапку штатива, не следует стараться сделать это «намертво», лучше, если деталь прибора проворачивается в лапке с небольшим усилием. Чтобы защитить стекло, используют прокладки из резины, асбестовой нити, в крайнем случае, можно свернуть ее из листа бумаги.

Сборка приборов

Познакомьтесь с основными правилами сборки приборов и соберите один из приборов по указанию преподавателя. Проверьте прибор на герметичность. Собранный прибор зарисуйте в тетради, подпишите названия его деталей (см. рис. 2).

При сборке приборов отдельные его детали соединяют между собой, как правило, с помощью резиновых пробок и трубок. При этом

нужно учитывать, что некоторые вещества (например: хлор, бром, концентрированные серная и азотная кислоты) способны разрушать резину. В таких случаях используют другие материалы, или соединяют стеклянные детали непосредственно друг с другом на шлифах.

Чтобы избежать травм, при сборке приборов нужно придерживаться определенных правил. Так, концы стеклянных трубок должны быть ровными, их грани следует оплавить или закруглить напильником. Стеклянную трубку смачивают небольшим количеством глицерина и вставляют в трубку или в отверстие пробки, не прилагая чрезмерных усилий. Стеклянную деталь держат при этом как можно ближе к месту соединения.

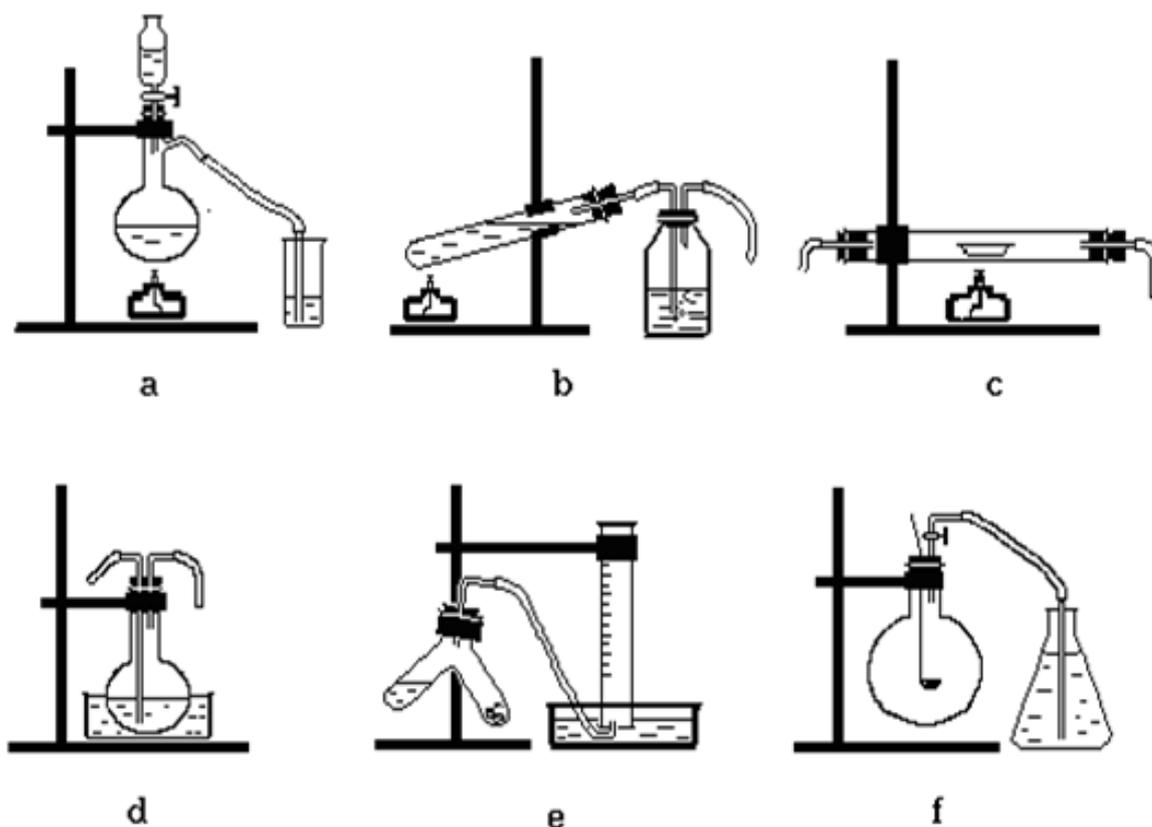


Рис. 2. Простейшие приборы для работы с газами

Когда вставляют пробку в горлышко колбы, нельзя ее дно упирать в стол, пробка вставляется ввинчивающим движением, усилия нужно соизмерять с толщиной стенок колбы или пробирки.

Наоборот, чтобы вынуть пробку, ее осторожно покачивают из стороны в сторону.

Для надежного соединения пробки и трубки должны соответствовать по своим размерам стеклянным деталям. Подрезание большой пробки или обматывание ее изолентой приведет к тому, что прибор будет негерметичен. Для проверки герметичности приборов обычно опускают его газоотводную трубку в стакан с водой и согревают какую-то часть прибора хотя бы руками. Если при этом из трубки начинают выделяться пузырьки воздуха – прибор герметичен.

Зарисовка прибора. Содержащиеся в приборе при проведении реакции вещества показывают различной штриховкой. Отдельные детали рисунка помечают буквами и приводят надписи, объясняющие их. Размер рисунка должен быть оптимальным, 1/4-1/2 страницы в зависимости от его сложности.

а) Прибор для получения газа (капельная воронка, резиновая пробка, колба Вюрца, газоотводная трубка, стеклянный наконечник).

б) Прибор для получения и очистки газа (большая пробирка, пробка, газоотводная трубка, промывалка, газоотводная трубка).

с) Прибор для реакции газа с твердым веществом (стеклянная трубка, закрытая с двух сторон пробками с газоотводными трубками).

д) Прибор для реакции газа с жидкостью при охлаждении (колба с пробкой, в которую пропущены газоподводящая и газоотводная трубка, кристаллизатор с холодной водой).

е) Прибор для получения газа и собирания его методом вытеснения воды (двухколенная пробирка Ландольта – Оствальда, пробка, газоотводная трубка, кристаллизатор, цилиндр).

ф) Прибор для сжигания веществ (круглодонная колба, пробка, газоотводная трубка с краном, ложечка для сжигания).

Нагревательные приборы

Спиртовка. Вспомните и запишите основные правила обращения со спиртовкой. **Запрещается переносить зажженную спиртовку с одного рабочего места на другое, зажигать одну спиртовку от пламени другой!**

Электроплитка. Проверяйте целостность изоляции электропроводов перед включением прибора в сеть!

Водяные, песчаные, воздушные и другие бани применяются для более равномерного нагрева и представляют собой емкости, заполненные водой, песком, воздухом или др., в которые опускаются нагреваемые объекты.

Охлаждение

Водяные холодильники – предназначены для охлаждения паров жидкостей, могут быть прямые (холодильник Либиха, рис. 1g) и обратные (шариковые – рис. 1h).

Охлаждающие бани: с холодной водой, ледяные (вода + лед), с охлаждающими смесями (например: лед + соль).

Лабораторная работа № 2

ВЕСЫ. ВЗВЕШИВАНИЕ

Одним из важнейших измерений в химии является измерение масс веществ. Для этого применяются разнообразные по конструкции и точности измерения весы. В настоящее время все большее употребление находят весы лабораторные электронные. Их используют для взвешивания до 200-500 г вещества с точностью не более 0.1 - 0.01 г.

Такой точности достаточно для большинства лабораторных работ, связанных с синтезом веществ. Для точных работ, химического анализа веществ используют аналитические весы, точность измерения на которых 0.0001 г и более. Они более сложны по

устройству, защищены от колебаний воздуха. К работе с аналитическими весами студенты допускаются после дополнительного инструктажа.

Весы лабораторные электронные типа Scout Pro (рис. 3),

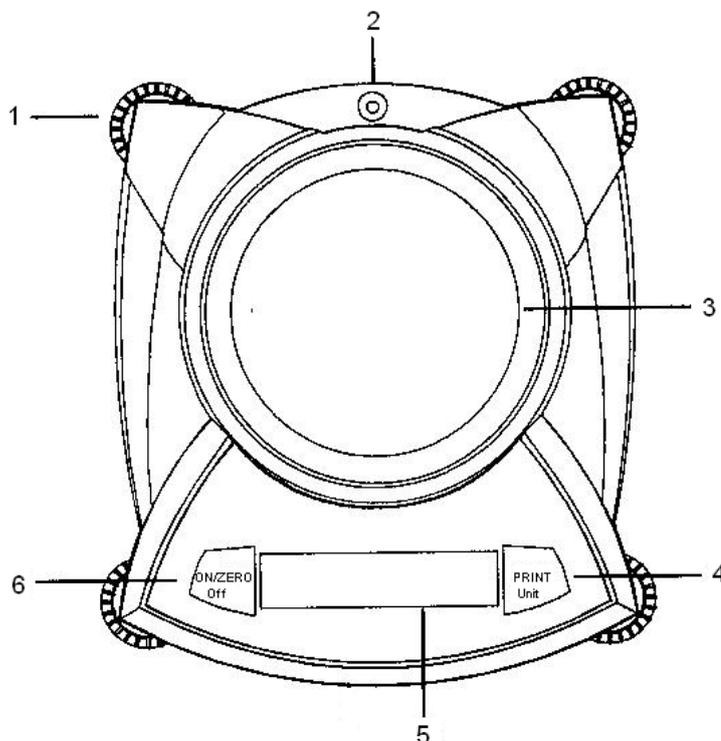


Рис. 3. Весы лабораторные электронные типа Scout Pro.

1 – опоры для установки весов в горизонтальной плоскости; 2 – индикатор горизонтальности положения весов; 3 – грузоприемная платформа; 4 – клавиша PRINT Unit; 5 – дисплей с индикаторами; 6 – клавиша ON/ZERO Off

Помимо простого взвешивания, могут использоваться в режимах счета с автоматической оптимизацией, сохранения максимального значения массы, суммирования, процентного взвешивания и определения плотности образцов. Выпускаемые модификации весов имеют наибольший предел взвешивания от 120 г до 6000 г.

Все операции управления весами, в том числе вызов меню, выбор функций, включение и выключение, выполняются с помощью двух клавиш.

Клавиша **ON/ZERO Off**. Основная функция **ON/ZERO** – включение весов. Если весы включены, нажатием на эту клавишу

можно выполнить установку нуля весов. **Вторая функция Off** – выключение весов: если клавишу нажать и удерживать в течение 3 с, на дисплее появится сообщение Off (выключение). При работе в режимах Display Hold (макс. вес) или Totalize (суммирование) удержание клавиши в течение 3 с приводит к выходу из соответствующего режима без выключения весов. **Функции в режиме меню** - длительное удержание клавиши (более 5 с) при включении питания переводит весы в режим меню. Краткое нажатие этой клавиши в режиме меню используется для сохранения текущей настройки, отображаемой на дисплее.

Клавиша **PRINT Unit**. **Основная функция (PRINT)** – команда вывода на печать через интерфейсный порт. Если активен режим Display Hold или Totalize, краткое нажатие клавиши переводит весы в соответствующий режим. **Вторая функция (Unit)** – нажмите и удерживайте клавишу для циклического переключения единиц измерения массы. Когда на дисплее загорится индикатор требуемой единицы, отпустите клавишу. **Функция в режиме меню** – переход к следующему значению параметра.

Порядок работы на лабораторных электронных весах

1. Проверьте установку весов. Они должны стоять без перекосов (по уровню, рис. 3 (2)).
2. Включите весы в сеть, нажмите кнопку включения питания **ON/ZERO**. Спустя несколько секунд на шкале высветится «0.00 г». Весы готовы к работе.
3. Взвешивание предметов (стаканов, колб). Осторожно поставьте предмет на чашку весов, дождитесь постоянного значения на табло. Запишите значение.
4. Взвешивание заданной порции вещества ("взятие навески"). Вещества взвешивайте только в таре (стаканчик; бюкс (стаканчик с притертой крышкой); колба; лист бумаги, лучше кальки).

5. На чашку весов поместите тару, после установления значения нажмите кнопку «**ON/ZERO**» - показания весов обнуляются. Осторожно добавляйте вещество до нужного значения на шкале.

Примечание: Если убрать контейнер с образцом с платформы весов, на дисплее появится показание массы контейнера с отрицательным знаком. Масса тары сохраняется в памяти весов до нового нажатия клавиши **ON/ZERO Off** или до выключения весов.

С более подробным руководством по эксплуатации весов типа Scout Pro можно ознакомиться в сети Интернет по ссылке https://www.lab-ves.ru/_mod_files/ce_images/eshop/manuals/vesy_labor/scout_pro_manual.pdf

Взвешивание контрольного образца

Познакомьтесь с представленной моделью весов, выясните назначение кнопок, проверьте их установку. Получите у преподавателя контрольные образцы для взвешивания и взвесьте их (п. 3). Запишите в тетради номера образцов и их массы и проверьте результат у преподавателя, рассчитайте относительную ошибку.

Взятие навески вещества

Подготовьте тару (листочки бумаги) для взвешивания вещества. Отвесьте по заданию преподавателя 3-20 г вещества (п. 4-5). Навеску заверните в пакет, подпишите и сдайте преподавателю.

Весы аналитические электронные типа CCS A

Взвешивание на аналитических весах является одной из самых важных операций химического анализа, требующей точного исполнения. Результаты анализа зависят от точности взвешивания.

Правильность и воспроизводимость

Правильность и воспроизводимость точного взвешивания на аналитических весах характеризуются соответственно ошибкой взвешивания и недостоверностью единичного взвешивания. Например, если абсолютная ошибка единичного взвешивания 0,0001, то абсолютная недостоверность также равна 0,0001г.

На аналитических весах можно взвешивать различные образцы. Масса и точность взвешивания определяется типом весов. Например, аналитические электронные весы А-70АР (рис. 4) имеют предел взвешивания от 0.2 до 70 г (цифра в модификации весов) с дискретностью 0.01 мг, предел допускаемой погрешности ± 0.02 мг.



Рис. 4. Весы аналитические электронные типа CCS A

Правила пользования аналитическими весами:

- перед каждым взвешиванием необходимо проверить состояние весов и установить их по уровню в горизонтальное положение;
- нельзя сдвигать весы с занимаемого места;
- нельзя нагружать весы сверх установленной предельной нагрузки (для весов А-70АР – 70 г.), так как это вызывает их порчу. В сомнительных случаях необходимо предварительно взвесить предмет на технических весах и только после этого приступить к взвешиванию на аналитических весах;
- взвешиваемый предмет берут щипцами или чистой бумагой и кладут на центр чашки весов;
- нельзя взвешивать на аналитических весах горячие (или слишком холодные) предметы. Взвешивать тело следует только тогда,

когда оно примет температуру окружающего воздуха, иначе взвешивание будет неточным;

- взвешиваемое вещество нельзя помещать непосредственно на чашку весов. Порошки, соли металлов и т. п. взвешивают только в легкой стеклянной таре (стаканчики, бюксы) или на часовом стекле, если вещество негигроскопично и устойчиво на воздухе. Рассыпанные вещества сразу сметают мягкой щеткой;

- гигроскопичные вещества, а также жидкости, особенно выделяющие едкие, действующие на весы пары, следует взвешивать в герметически закрытых сосудах (бюксах).

Клавиатура и индикация весов типа CCS A

Клавиша **ON/OFF** – включение и выключение дисплея; переход к следующему числовому разряду при работе в функциональном меню.

Клавиша **ZERO/TARE** – Обнуление дисплея; функция тарирования.

Клавиша **F** – вход в функциональное меню; переключение единиц измерения; измерение значения параметров при работе в функциональном меню.

Клавиша **CAL** – запуск программы калибрования весов.

Клавиша **PRINT** – вывод данных через интерфейс; подтверждение выбора параметра при работе в функциональном меню.

Во время нормальной работы весов на дисплей выводятся следующие символьные индикаторы:

ZERO – индикатор свидетельствует об устойчивом нулевом значении массы.

STAB - индикатор свидетельствует о стабильности выводимого на дисплей значения.

% - индикатор свидетельствует о том, что включен режим

взвешивания в %.

g, mg, Ct, mo - индикатор свидетельствует о том, что включен режим взвешивания в граммах, миллиграммах, каратах, моммах.

Работа с весами

Поместите взвешиваемый объект на чашку весов, значение массы считывается с дисплея после стабилизации и включения индикатора стабильности.

При взвешивании в таре Вы можете тарировать весы так, что на дисплее выводится только масса нетто. Для этого: поместите пустой контейнер на чашку весов; нажмите клавишу **TARE**; снимите контейнер. Весы сохраняют массу контейнера в памяти. Заполните контейнер. Поместите полный контейнер на чашку весов. На дисплее отразится масса нетто.

При необходимости эту процедуру можно повторять неоднократно, тарируя весы и добавляя новую порцию образца. При этом на дисплей выводится лишь масса последней порции.

При взвешивании в таре удостоверьтесь, что общая масса тары и содержимого не превышают предела взвешивания.

Можно определять массу предметов, удаляемых из контейнера. Для этого: поместите полный контейнер на чашку весов, нажмите клавишу **TARE**, удалите контейнер. Весы покажут отрицательное значение массы брутто (массы контейнера со взвешиваемыми объектами). Извлеките часть взвешиваемого объекта из контейнера. Снова поставьте контейнер на чашку весов. На дисплее отобразится отрицательное число, представляющего массу материала, удаленного из контейнера.

Для работы в функциональном меню и с программами можно дополнительно ознакомиться в руководстве по эксплуатации аналитических весов типа CCS A, которое имеется в лаборатории.

Взвешивание. Взятие навески

Взятие навески. Навеска – это часть образца твердого тела или жидкости, отбираемая для количественного анализа компонентов в анализируемом веществе. Существует несколько способов взвешивания твердых образцов и жидкостей.

Взвешивание твердых образцов в бюксах

Бюксы – это стаканчики с пришлифованной крышкой.

Твердый образец взвешивают в бюксе, определяя его массу по разности. Такой способ взвешивания рекомендуется для соединений, расплывающихся на воздухе, и при определении кристаллизационной воды в кристаллогидратах. Бюкс следует держать с помощью бумажной петли, т.к. влага с пальцев может оказать влияние на массу бюкса и послужить причиной ошибки.

При определении массы вещества, удаляемого из бюкса, поместите бюкс с веществом на чашку весов и после стабилизации весов нажмите клавишу TARE. Затем, из бюкса с помощью чистого шпателя в градуированный стакан или мерную колбу переносят некоторое количество анализируемого образца, приблизительно равное требуемой навеске.

Чтобы оценить, насколько это количество соответствует навеске, бюкс с оставшимся веществом вновь помещают на чашку весов. На дисплее отобразится отрицательное число, представляющего массу вещества, взятого из бюкса. Если необходимо, отсыпают еще некоторое количество образца и вновь взвешивают бюкс с веществом с точностью до 0,0001 г и вновь определяют результат, считывая его с дисплея весов.

Взвешивание твердого образца на часовом стекле

Для взвешивания рекомендуют применять стекла диаметром 4-5 см. Помещают часовое стекло на чашку весов и после стабилизации нажимают клавишу TARE. Чистым шпателем

помещают такое количество анализируемого вещества, которое соответствует требуемой навеске. Часовое стекло с образцом взвешивают с точностью до 0,0001 г, на дисплее отображается масса взятого вещества. Результат записывают в лабораторный журнал. Образец аккуратно переносят в стакан или мерную колбу, счищая остатки вещества кисточкой.

Взвешивание вещества на кальке или бумаге, покрытой полиэтиленовой пленкой

Сначала бумагу помещают на чашку весов и после стабилизации нажимают клавишу TARE. Затем чистым шпателем насыпают образец и взвешивают бумагу вместе с образцом. На дисплее отображается масса взятой навески. Этот метод пригоден для взвешивания веществ, не поглощающих влагу из воздуха.

Взвешивание твердого вещества в весовой пробирке

Весовая пробирка емкостью 2-3 мл должна быть небольшой массы и хорошо закрываться корковой или небольшой резиновой пробкой. Сначала на чашку весов помещают весовую пробирку с образцом и после стабилизации нажимают клавишу TARE. Затем отсыпают из пробирки в стакан некоторое количество вещества, приблизительно равное требуемой навеске, а весовую пробирку с остатками анализируемого вещества вновь точно взвешивают. На дисплее отображается отрицательное число, представляющего массу вещества, отсыпанного из пробирки.

Взвешивание жидкостей

Большинство жидкостей можно взвешивать в небольших бюксах, снабженных медицинскими пипетками и притертыми стеклянными крышками. Аккуратно взвешивают бюкс с образцом и пипеткой после стабилизации весов нажимают клавишу TARE. С помощью пипетки часть жидкости отливают в мерную колбу или стакан. Бюкс закрывают крышкой, следя за тем, чтобы капли жидкости не попали на матовую

поверхность бюкса и вновь помещают на чашку весов. На дисплее отображается отрицательное число, соответствующее массе жидкости, взятой из бюкса. Если необходимо, то операцию повторяют. Когда масса образца жидкости становится близкой величине требуемой навески, бюкс с пипеткой и анализируемое вещество взвешивают с точностью до 0,0001 г. На дисплее отражается масса жидкости (с отрицательным знаком), взятой из бюкса.

Эксикаторы

Нагретые или прокаленные вещества при охлаждении могут поглощать влагу из окружающего воздуха. Чтобы не допустить этого, охлаждение проводят в эксикаторах. Эксикатор – это толстостенный стеклянный сосуд, закрываемый крышкой. Перед взвешиванием образец должен остыть в эксикаторе не менее 30 мин.

Чтобы в эксикатор не попала влага, соприкасающиеся поверхности эксикатора и крышки смазывают тонким слоем вакуумной смазки. Открывая или закрывая эксикатор, крышку следует сдвигать в сторону (или надвигать сбоку), а не поднимать. Перенося эксикатор с места на место, крышку надо придерживать рукой, т.к. она может соскользнуть и упасть.

Каждый раз перед использованием эксикатор заполняют свежей порцией водопоглощающего реагента (например, гранулированный CaCl_2). Над поглотителем устанавливается фарфоровая вкладка с отверстиями для тиглей.

Лабораторная работа № 3

ИЗМЕРЕНИЕ ОБЪЕМА И ПЛОТНОСТИ

Порции жидких и газообразных веществ часто отмеривают по объему. При этом учитывают, что объем тел зависит от внешних условий (давление, температура), и для определения массы, вещества потребуется данные о плотности при тех же условиях.

Для измерения объемов используется разнообразная мерная посуда (рис. 5): мерные цилиндры, мензурки, пипетки, бюретки, мерные колбы. Поскольку объем жидкости (и объем мерной посуды) зависит от температуры, на стенках посуды указана температура, при которой она отградуирована, ее необходимо придерживаться при точных измерениях.

Верхняя граница жидкости (мениск), по которой производится измерение, не является плоской. В большинстве случаев отсчет ведут по нижнему краю мениска. При этом глаз наблюдателя должен находиться в той же плоскости (рис 5а), иначе измерение будет неточным.

Измерение объема с помощью мерного цилиндра

Мерные цилиндры - цилиндрические стеклянные сосуды со шкалой, применяются для грубого измерения объема.

Рассмотрите выданный Вам цилиндр, определите, на какой объем и температуру он рассчитан, цену деления шкалы. Все характеристики занесите в тетрадь. Налейте в цилиндр произвольное количество воды и потренируйтесь в определении объема.

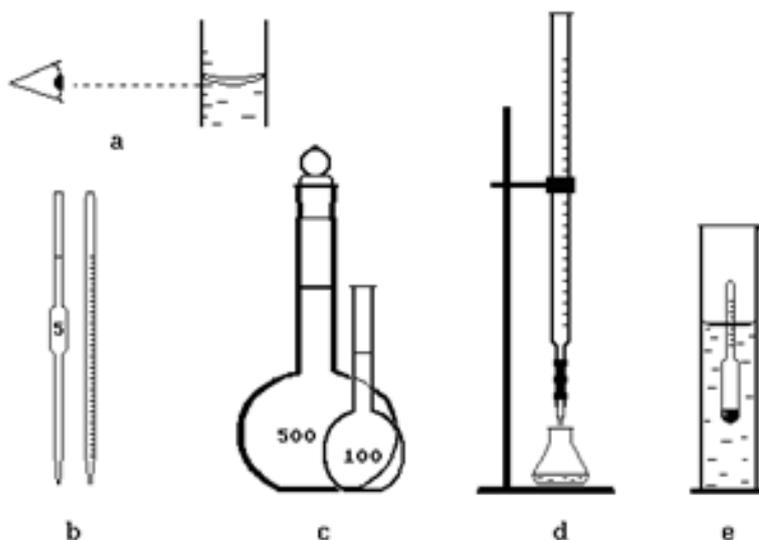


Рис. 5. Мерная посуда для измерения объемов

Измерьте объем стакана или колбы. Для этого заполните сосуд доверху водой и, переливая ее в мерный цилиндр (если понадобится - несколько раз), определите ее объем. Полученные данные запишите в тетрадь и проверьте у преподавателя. Зарисуйте положение мениска жидкости и глаза наблюдателя при измерении объема.

Измерение объема с помощью мерной пипетки

Мерные пипетки - стеклянные трубки с оттянутым нижним концом, иногда имеют расширение в средней части (пипетка Мора, рис. 5b). В верхней части имеется метка, до которой набирается жидкость. Если в нижней части метки нет, значит, пипетка рассчитана на полное выливание жидкости, в противном случае ее выливают, пока мениск жидкости не коснется нижнего деления. Применяются и градуированные пипетки, позволяющие отмерить любой промежуточный объем жидкости.

Для набирания жидкости в пипетки используют резиновые груши или специальные приспособления типа шприца. **Категорически запрещается засасывать жидкость в пипетки ртом, особенно при работе с концентрированными растворами кислот и щелочей, растворами ядовитых веществ!**

Жидкость набирают выше верхнего деления, закрывают отверстие пипетки указательным пальцем, и, подняв ее так, чтобы деление было на уровне глаз, выпускают избыточную жидкость, чуть приоткрывая пипетку. Затем переносят пипетку в рабочую колбу и выпускают жидкость до нижнего деления или дают ей вытечь полностью. **Нельзя вытряхивать или выдувать остающиеся в пипетке капли жидкости!**

Рассмотрите пипетки на вашем рабочем столе. Запишите в тетрадь их характеристики (объем, рабочую температуру, цену деления для градуированных пипеток). Используя воду в качестве

измеряемой жидкости, потренируйтесь в отмеривании ее объемов с помощью пипетки.

Измерение объема с помощью бюретки

Бюретки - стеклянные трубки с оттянутым нижним концом, снабженные краном или резиновой трубкой с шариком, которые позволяют постепенно выпускать жидкость (рис. 5d). На трубке нанесена шкала, по которой измеряется объем вытекшей жидкости.

Рассмотрите бюретку на вашем рабочем столе. Запишите в тетрадь ее характеристики (полный объем, рабочую температуру, цену деления). Заполните бюретку водой, добейтесь заполнения стеклянного кончика. Доведите объем воды в бюретке до нулевого деления. Потренируйтесь в выливании жидкости по отдельным каплям и струей, измерении объема вытекшей воды.

Ареометр. Измерение плотности

Ареометр представляет собой стеклянный поплавок, в верхней части которого помещена шкала. В момент измерения ареометр должен свободно плавать в жидкости, при этом мениск должен находиться в границах шкалы (рис. 5е). Если ареометр тонет в жидкости или плавает слишком высоко, следует его заменить на более легкий или более тяжелый. Жидкость обычно наливают в мерный цилиндр или высокий стакан, ее температура должна соответствовать рабочей.

Рассмотрите выданные Вам ареометры, запишите пределы определения каждого, рабочую температуру и определите цену деления.

Ополосните мерный цилиндр выданным раствором, налейте в него примерно 100 мл раствора. Осторожно опускайте ареометры в раствор (начиная с самого легкого) и измерьте плотность по делению, которого касается нижний край мениска. При этом ареометр не должен касаться стенок цилиндра. Результат запишите и проверьте у

преподавателя. После измерения ареометр сполосните водой и протрите фильтровальной бумагой, раствор слейте обратно в бутылку.

Лабораторная работа № 4

МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ И ОЧИСТКИ ВЕЩЕСТВ

В данной лабораторной работе каждая пара студентов выполняет общий опыт №1 и один из следующих опытов №№ 2-7 по указанию преподавателя.

В ходе занятия проводится "экскурсия" по всем рабочим местам и каждая пара рассказывает о проведенном ею индивидуальном опыте. В лабораторном отчете: для "своих" опытов дать подробное описание, а для остальных, с которыми познакомились в ходе "экскурсии" - название, рисунок прибора, суть метода.

Опыт 1. Очистка солей перекристаллизацией

Метод перекристаллизации предусматривает растворение вещества с последующим выделением его из раствора - кристаллизацией. При этом одни примеси, нерастворимые, отделяются при фильтровании раствора, другие, растворимые, большей частью остаются в растворе при кристаллизации. Кристаллизацию проводят, как правило, охлаждая горячий насыщенный раствор. Иногда прибегают к выпариванию большей части растворителя. Используется также "высаливание" - добавка некоторых веществ, способных уменьшать растворимость очищаемого соединения (так, растворимость хлорида натрия в воде резко уменьшается при насыщении раствора хлороводородом).

Метод применим для очистки не только солей, но и любых твердых веществ, растворимых в воде или других растворителях.

В данном опыте Вы познакомитесь также с такими методами разделения и очистки веществ, как фильтрование (обычное и с отсасыванием), и высушивание (в сушильном шкафу, в эксикаторе).

а) Перекристаллизация дихромата калия.

Рассчитайте количество дихромата калия ($K_2Cr_2O_7$), необходимое для приготовления его водного раствора, насыщенного при $60^\circ C$, исходя из 50 мл воды, если известно, что массовая доля дихромата калия в насыщенном растворе при этой температуре составляет 31,2%.

Взвесьте рассчитанное количество соли и высыпьте навеску в термостойкий стаканчик или колбу. Отмерьте цилиндром 50 мл воды и перелейте ее в стаканчик с веществом. Перемешивая стеклянной палочкой, нагревайте смесь на электроплитке до начала кипения, наблюдайте растворение соли. Одновременно приготовьте складчатый фильтр и воронку для горячего фильтрования (рис. 6а).

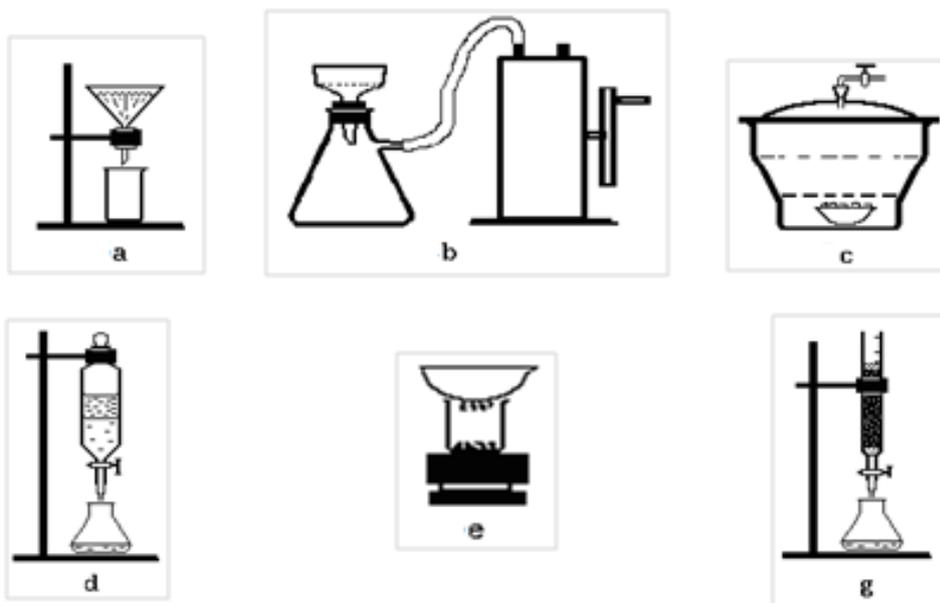


Рис. 6. Оборудование для разделения и очистки веществ

Для отделения нерастворимых примесей горячий раствор нужно профильтровать. Фильтрат соберите в чистый стаканчик на 100 мл. Охладите его сначала до комнатной температуры, а затем в кристаллизаторе со льдом. Кристаллизацию надо вести при перемешивании, чтобы образовались более однородные кристаллы. Выпавшие красно-оранжевые кристаллы отфильтруйте на воронке

Бюхнера, используя колбу Бунзена и насос для более полного отсасывания жидкости (рис. 6b), и промойте 5 мл ледяной воды. Вещество перенесите шпателем на предварительно взвешенную фарфоровую чашку и сушите в сушильном шкафу в течение 30 минут при 100°C.

Исследуйте исходное вещество, маточный раствор и полученный препарат на содержание примеси K_2SO_4 . Для этого:

1) Поместите в одну пробирку несколько кристаллов вещества, в другую - полученного продукта, в третью 1-2 мл маточного раствора. Кристаллы в первых двух пробирках растворите в 2 мл воды.

2) Добавьте в каждую пробирку по 3-4 капли конц. HCl и перемешайте.

3) Добавьте по 1-2 капли раствора $BaCl_2$.

Какая реакция должна протекать? Напишите ее молекулярное и ионное уравнение. В каких пробирках наблюдаются признаки протекания реакции? Сделайте вывод.

Чашку с кристаллами охладите в эксикаторе с безводным хлоридом кальция (рис. 6c), взвесьте и вновь поместите в сушильный шкаф на 10 минут. Снова охладите в эксикаторе и взвесьте. Если масса чашки не изменилась, высушивание можно считать полным, иначе его нужно продолжать до постоянной массы. Какова роль хлорида кальция в данном опыте?

Рассчитайте теоретический выход дихромата калия, считая, что количество воды (50 мл) в ходе опыта не изменилось, а массовая доля $K_2Cr_2O_7$ при 0°C составляет 4,4%. Определите также практический выход в % по отношению к исходной навеске и к теоретически возможному. Напишите уравнения реакций, зарисуйте использованные приборы.

По этой методике, с использованием справочных данных по растворимости, можно организовать перекристаллизацию и других

солей, имеющих ярко выраженную температурную зависимость растворимости. Исследование исходного и полученного препарата, а также маточного раствора проводится в отношении заявленных примесей. Условия высушивания препарата определяются его устойчивостью, чаще всего – также по справочным данным.

Опыт 2. Очистка и высушивание газов

Основным способом очистки газов является пропускание их через слой жидкого или твердого вещества, способного реагировать с примесями, но не реагирующего с основным веществом. Для реакции газов с жидким веществом применяются промывные склянки. В склянках Дрекслея очищаемый газ подается по трубке в слой жидкого реагента, для улучшения контакта газа с жидкостью трубочка иногда заканчивается шариком с большим числом мелких отверстий или впаянной пористой стеклянной пластинкой. Недостатком склянок Дрекслея является то, что жидкость может быть засосана в реакционный сосуд, если давление в нем упадет (например, при прекращении нагревания). Этому недостатка лишены склянки Тищенко, разделенные перегородкой на две половины.

Промывные склянки заполняются жидкостью не более чем на $1/3$, чтобы капли ее не попадали в отводные трубки.

Для очистки газов твердыми веществами обычно используют трубчатые реакторы. Твердое вещество должно быть в форме гранул или достаточно крупных кусочков, т.к. мелкий порошок оказывает слишком большое сопротивление потоку газа. Чтобы увеличить поверхность соприкосновения твердых веществ с газом и сделать слой адсорбента более рыхлым, его иногда смешивают с асбестом, стекловатой и др.

Познакомьтесь с устройством и работой аппарата Киппа, используемого для получения углекислого газа в лаборатории (рис

7а). Углекислый газ получается взаимодействием карбоната кальция (мрамор) с соляной кислотой (уравнение реакции).

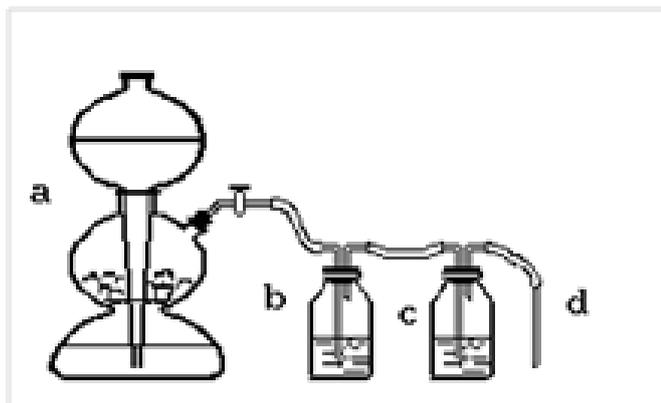


Рис. 7. Аппарат Киппа для получения и очистки оксида углерода (IV)

Налейте в пробирку примерно 5 мл воды, добавьте по 1-2 капли растворов азотной кислоты и нитрата серебра. Пропустите через полученный раствор углекислый газ из аппарата Киппа. Наличие какой примеси в газе обуславливает образование осадка?

Подсоедините установку для очистки углекислого газа, состоящую из промывных склянок (рис. 7, b и c), заполненных: b) раствором гидрокарбоната натрия, c) концентрированной серной кислотой. Испытайте газ, прошедший очистку, так, как это описано ранее. Наблюдается ли образование осадка? Сделайте вывод об эффективности очистки, объясните назначение каждой склянки, напишите уравнения реакций, зарисуйте прибор.

Опыт 3. Разделение, очистка и высушивание жидкостей.

Экстракция

Для разделения несмешивающихся жидкостей (например, водных растворов и нерастворимых в воде органических веществ) применяются делительные воронки. Подлежащую разделению смесь заливают в воронку и после расслаивания нижний и верхний слои сливают в разные колбы (рис. 6d).

Таким же образом проводится **экстракция** - извлечение вещества из раствора другой жидкостью, несмешивающейся с первой и лучше растворяющей извлекаемое вещество. Например, можно извлечь йод из водного раствора гексаном, в котором йод растворяется значительно лучше.

Этот же прием можно использовать для очистки органических жидкостей водными растворами различных реагентов. В этом случае к очищаемой жидкости в делительной воронке добавляют небольшое количество водного раствора реагента, воронку закрывают и, несколько раз перевернув и встряхивая ее, перемешивают содержимое. Нужно избегать сильного взбалтывания, т.к. это может привести к образованию стойкой эмульсии. В процессе очистки в воронке может повыситься давление, поэтому необходимо придерживать пробку и время от времени, перевернув воронку, приоткрывать ее кран для выхода скопившихся газов. При такой очистке, как правило, одновременно протекает экстракция примесей и их химическая реакция с реагентом.

Для высушивания органических растворителей их обычно выдерживают длительное время над веществами, способными взаимодействовать с водой, но не реагирующими с данным растворителем. В качестве таких веществ используют безводные соли, способные давать кристаллогидраты, некоторые оксиды, металлический натрий, а также сорбирующие материалы, например силикагель.

Рассмотрите выданную Вам делительную воронку, проверьте, используя воду, надежность ее крана и пробки, при необходимости смажьте их. Выполните один из вариантов опыта по указанию преподавателя.

а) Экстракция йода из водного раствора.

Закрепите воронку в штативе и залейте туда примерно 100 мл йодной воды (раствор йода в воде). Добавьте в воронку около 20 мл гексана, обратите внимание на цвет и расположение слоев жидкости. Закройте воронку пробкой, выньте из штатива и, придерживая кран и пробку, хорошо перемешайте ее содержимое. Снова закрепите воронку в штативе и оставьте до расслаивания. Приготовьте две колбочки для слива.

Запишите цвет и расположение слоев жидкостей. Водный слой слейте в одну колбу, гексановый - в другую. Для более полного извлечения йода повторите экстракцию с новой порцией гексана.

В колбу с раствором йода в гексане добавьте немного безводного сульфата магния (для высушивания). Спустя некоторое время несколько капель этого раствора нанесите на часовое стекло и дайте высохнуть при комнатной температуре (ТЯГА!). Наблюдайте образование на стекле кристаллов йода.

б) Очистка гексана от йода.

Примерно 100 мл раствора йода в гексане залейте в делительную воронку, закрепленную в штативе. Добавьте туда же 20 мл 5%-ного раствора тиосульфата натрия, обратите внимание на цвет и расположение слоев жидкости.

Закройте воронку пробкой, выньте из штатива и, придерживая кран и пробку, хорошо перемешайте ее содержимое. Снова закрепите воронку в штативе и оставьте до расслаивания. Приготовьте две колбочки для слива.

Как изменилась окраска слоев жидкостей? (Тиосульфат натрия реагирует с йодом по схеме: $J_2 + Na_2S_2O_3 \rightarrow NaJ + Na_2S_4O_6$)

Водный слой слейте в колбу, а к гексану добавьте 20 мл воды и промойте так же, как раствором тиосульфата натрия. После

отделения воды, слейте очищенный гексан в колбу с хорошей пробкой и добавьте в нее несколько кусочков безводного сульфата магния.

Напишите уравнения реакций, зарисуйте прибор.

Опыт 4. Перегонка жидкостей

Одним из древнейших способов очистки жидкостей от растворенных в ней веществ является перегонка - метод, основанный на разной летучести веществ. При нагревании раствора жидкость испаряется, отделяясь от нелетучих примесей, и конденсацией паров получаем чистое вещество. Для разделения смеси содержащей несколько летучих компонентов (смесь жидкостей с разными температурами кипения) их пары пропускают через ректификационные колонки (ректификационная перегонка, ректификация).

Рассмотрите прибор для простой перегонки (рис. 8). Он состоит из колбы Вюрца (а), пробки с термометром (b), холодильника Либиха (c), аллонжа (d) и приемника (e).

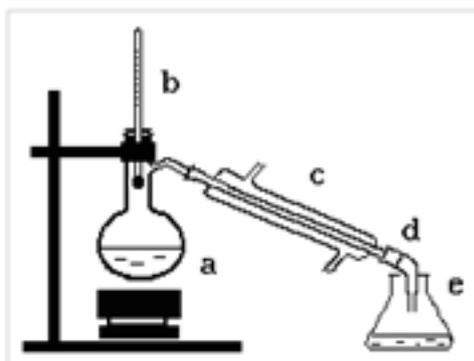


Рис. 8. Прибор для простой перегонки

В колбу Вюрца налейте примерно 100 мл воды, загрязненной хлоридом натрия, предварительно доказав наличие примеси реакцией с нитратом серебра. (Реакцию провести в пробирке, добавив к 1-2 мл воды 1-2 капли раствора нитрата серебра).

На дно колбы поместите "кипелки" - несколько кусочков фарфора, керамики, которые необходимы для равномерного кипения

жидкости. Колбу закройте пробкой с термометром так, чтобы шарик термометра был опущен немного ниже уровня отводной трубки. В рубашку холодильника Либиха снизу вверх пустите не очень сильную струю воды. Заполнив холодильник, она должна непрерывно вытекать из него через верхнюю трубку. На конец холодильника наденьте аллонж и подставьте под него приемник.

Нагрейте раствор в колбе до кипения, наблюдайте конденсацию паров жидкости в холодильнике, запишите показания термометра в ходе перегонки. Каковы они должны быть теоретически?

Первую небольшую порцию дистиллята отбросьте (почему?), затем соберите 10-20 мл жидкости и проверьте наличие в ней хлорида натрия. Напишите уравнения реакций, зарисуйте прибор.

Опыт 5. Возгонка

Возгонка позволяет очистить легколетучее твердое вещество от нелетучих примесей. Если же вещество содержит летучие примеси, их связывают, используя различные реагенты. Возгонка позволяет также осуществлять очистку вещества транспортными реакциями, при которых происходит перенос вещества в виде летучих соединений из одной зоны реактора в другую при высоких температурах.

Так, технический йод может содержать в качестве примесей бром, влагу, нелетучие примеси. Для очистки от брома йод растирают, добавив немного КJ, а примесь воды удаляется оксидом кальция.

Немного загрязненного йода (на кончике шпателя) перенесите в небольшую фарфоровую ступку, добавьте несколько кристаллов КJ и немного оксида кальция. Разотрите полученную смесь (**ТЯГА!**) и перенесите ее в сухой термостойкий химический стаканчик, который накройте фарфоровой чашкой с холодной водой (рис. 6е). Осторожно нагрейте стаканчик на плитке. Что происходит? Кристаллы возогнанного йода соберите в бюкс, ступку и стаканчик промойте

раствором щелочи или тиосульфата натрия. Напишите уравнения реакций, зарисуйте прибор.

Опыт 6. Центрифугирование и декантация

Простейшим способом очистки жидкости от нерастворимых примесей является декантация - отстаивание и последующее сливание жидкости с осадка. Разделение основано на различной плотности веществ и происходит под воздействием силы тяжести. Однако многие вещества образуют студенистые или рыхлые осадки, которые медленно оседают и легко взмучиваются при сливании жидкостей. Чтобы ускорить процесс разделения и получить более плотные осадки, прибегают к искусственному увеличению силы тяжести в центрифугах.

Рассмотрите центрифугу, представленную на рисунке (рис. 9), ознакомьтесь с назначением ее составных частей и органов управления, техникой безопасности при работе с ней. Включать центрифугу можно только с разрешения преподавателя!



Рис. 9. Внешний вид настольной лабораторной центрифуги

Одно из основных требований при работе с центрифугой - это необходимость ее равномерной загрузки, т.е. в противоположные гнезда центрифуги помещают пробирки одинаковой массы. Во время работы центрифуга должна быть закрыта защитным кожухом, который снимают только после полной остановки. При возникновении сильных

вибраций (признак неравномерной загрузки!) прибор немедленно выключают и проверяют равномерность загрузки.

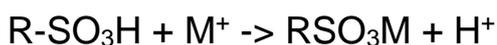
Получите в пробирке осадок гидроксида алюминия взаимодействием растворов хлорида алюминия и щелочи (избегать избытка щелочи - почему?) Осадок вместе с раствором перенесите в пробирку для центрифугирования. Для уравнивания в другую такую же пробирку налейте равный объем воды. Проведите центрифугирование и отделите осадок от раствора декантацией.

Промойте осадок декантацией. Для этого к осадку добавьте несколько миллилитров дистиллированной воды, хорошо перемешайте стеклянной палочкой, затем снова отцентрифугируйте и слейте промывную жидкость в чистую пробирку.

Повторяйте промывание до отрицательной или очень слабой реакции промывной жидкости на хлорид-ион (проба с раствором нитрата серебра). Напишите уравнения реакций, зарисуйте прибор.

Опыт 7. Ионообменное разделение и очистка

Ионообменные методы очистки и разделения основаны на применении специальных веществ - **ионитов (ионообменных смол)**. Иониты представляют собой высокомолекулярные органические или неорганические вещества, содержащие кислотные или основные функциональные группы, способные взаимодействовать с ионами в растворе. В зависимости от характера функциональных групп, различают катиониты и аниониты. Примером катионита может служить сульфокатионит, содержащий остатки серной кислоты:



Анионитами являются вещества, содержащие аминогруппу:



Обработка воды, содержащей растворенные соли, катионитом и анионитом или их смесью позволяет получить деионизированную воду. Адсорбированные катионы и анионы можно при необходимости

выделить, промывая ионит кислотой или щелочью, таким образом, выделить соль в более концентрированном или очищенном виде. Подбирая условия сорбции и вымывания можно проводить разделение ионов (ионообменная хроматография).

Ионный обмен проводят, как правило, пропуская раствор через колонку, заполненную ионитом. В лаборатории в качестве колонки можно использовать стеклянную трубку с краном (укороченную бюретку).

Поместите в нижнюю часть колонки ватный тампон, затем закройте кран и закрепите колонку в штативе (рис. 6g). Суспензию катионита в дистиллированной воде залейте в колонку и дайте отстояться - в слое ионита не должно быть пузырей воздуха, это уменьшает эффективность колонки. Сверху поместите еще один ватный тампон, после чего осторожно откройте кран и слейте лишнюю воду, оставив над тампоном примерно 0.5 см жидкости.

Очистка раствора от ионов меди. Залейте в колонку 5 мл 0.1 М раствора сульфата меди (цвет?) и по каплям пропускайте его через колонку в чистую колбу. Как только над ионитом останется 1-2 мм жидкости, залейте в колонку 5 мл дистиллированной воды. Такое промывание повторите дважды, продолжая собирать вытекающую жидкость в ту же колбу.

Сравните цвет полученного и исходного растворов. Проведите качественную реакцию на ион меди, для чего к 1 мл раствора добавьте несколько капель конц. раствора аммиака (**ТЯГА!**). Качественными реакциями докажите, что раствор содержит ионы водорода и сульфат-ионы.

Выделение ионов меди, регенерация ионита. Залейте в колонку 5 мл 10%-ного раствора HCl и по каплям пропускайте через колонку, затем также промойте колонку двумя-тремя порциями воды. Отметьте цвет полученного раствора, проведите качественную

реакцию на ион меди. Колонку продолжайте промывать водой до нейтральной реакции, после чего выньте верхний тампон и, взбалтывая ионит с водой, перенесите его в колбу. Напишите уравнения реакций, зарисуйте прибор.

Дополнительная информация в материалах сайта КонТрен: Мастер-класс экспериментального тура: Обычное фильтрование. Фильтрование с отсасыванием.

Лабораторная работа № 5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭКВИВАЛЕНТНЫХ И МОЛЕКУЛЯРНЫХ МАСС

Опыт 1. Определение эквивалентной массы магния

Соберите прибор (рис. 10). Заполните прибор водой до нулевой отметки, присоедините двухколенную пробирку Ландольта – Оствальда (a) и проверьте прибор на герметичность. Для этого создайте разницу в уровнях воды в бюретке (b) и уравнительной воронке (c), опустив последнюю. Проследите в течение минуты: уровень воды в бюретке должен оставаться постоянным. Поднимите воронку в прежнее положение и отсоедините пробирку.

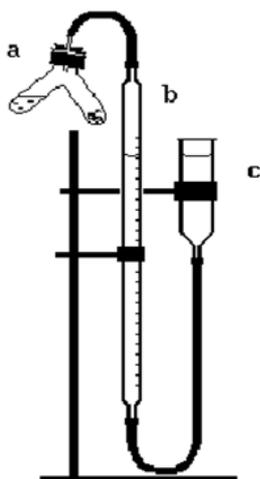


Рис. 10. Прибор для определения эквивалентной массы магния

Получите у преподавателя навеску металла и запишите ее массу в тетрадь. Навеску поместите в одно колено двухколенной пробирки, а в другое колено налейте несколько миллилитров раствора серной кислоты. Пробирку присоедините к прибору и снова проверьте его

герметичность. Приведите давление в бюретке к атмосферному (для этого вода в бюретке и уравнивающей воронке должна быть на одном уровне). Определите уровень воды в бюретке и запишите его в тетрадь.

Перелейте кислоту в то колено пробирки, где находится металл. Наблюдайте протекание реакции и вытеснение воды из бюретки выделяющимся водородом. Когда реакция закончится, дайте пробирке охладиться до комнатной температуры, снова приведите давление в бюретке к атмосферному и измерьте уровень воды в бюретке. Измерьте и запишите в тетрадь температуру в помещении.

Вычисления

Определите по справочным таблицам давление насыщенного водяного пара при данной температуре, используя закон Дальтона, найдите парциальное давление водорода. Рассчитайте объем вытесненного водорода и, используя уравнение Менделеева-Клапейрона, его массу.

Пользуясь законом эквивалентов, вычислите эквивалентную массу металла и сравните полученное значение с теоретическим. Вычислите относительную погрешность опыта в процентах.

Опыт 2. Определение молекулярной массы углекислого газа

Рассмотрите установку для получения и очистки углекислого газа (рис. 7). Сухую и чистую колбу емкостью 250 мл закройте кусочком полиэтиленовой пленки с резиновым колечком и взвесьте с точностью до 0,01 г. Запишите массу колбы с воздухом в тетрадь.

Наполните колбу углекислым газом из аппарата Киппа (а), заряженного кусками мрамора и соляной кислотой. Для этого ток газа надо отрегулировать так, чтобы можно было считать число пузырьков в промывных склянках б и с (первая склянка с водой для очистки углекислого газа от хлороводорода, вторая – с концентрированной серной кислотой для его осушки) и пропускать газ несколько минут.

После заполнения колбы углекислым газом осторожно, не наклоняя колбу и не закрывая кран аппарата Киппа, выньте трубку d из колбы. Закройте колбу той же полиэтиленовой пленкой и закройте кран аппарата Киппа. Взвесьте колбу с углекислым газом и запишите ее массу в тетрадь.

Повторите заполнение и взвешивание колбы еще раз, и, если масса возросла, повторяйте до тех пор, пока два последних взвешивания не дадут одинаковый результат.

После этого измерьте объем колбы. Для этого наполните колбу водой и перелейте воду в мерный цилиндр. Измерьте и запишите в тетрадь температуру в помещении.

Вычисления

Пользуясь уравнением Менделеева-Клапейрона, вычислите массу воздуха в объеме колбы. Затем найдите массу колбы без воздуха, вычитая из массы колбы с воздухом массу воздуха. После этого определите массу углекислого газа в объеме колбы, вычитая из массы колбы с углекислым газом массу пустой колбы.

Определите молекулярную массу углекислого газа двумя путями:

а) приведите объем углекислого газа в колбе к н.у., найдите плотность газа при н.у. и используйте молярный объем;

б) найдите, используя массы воздуха и углекислого газа в колбе, относительную плотность углекислого газа по воздуху, и примените второе следствие из закона Авогадро, учтя, что молярная масса воздуха равна 29 г/моль.

Сравните полученные результаты и теоретическое значение. Вычислите относительную погрешность опыта в процентах.

Лабораторная работа № 6

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

Опыт 1. Приготовление раствора с заданной массовой долей из навески кристаллогидрата

Приготовьте один из растворов по указанию преподавателя. Для этого рассчитайте навеску кристаллогидрата и необходимое количество воды. Возьмите навеску на электронных весах, а необходимое количество воды отмерьте при помощи цилиндра. Растворение проводится на холоду (без нагревания).

Определите плотность полученного раствора ареометром.

Растворы: а) 100 г, 5 %, сульфат меди; б) 85 г, 3 %, хлорид кобальта; в) 90 г, 6 %, сульфат меди; г) 120 г, 2 %, сульфат магния; д) 80 г, 2 %, хлорид никеля; е) 110 г, 7 %, сульфат меди.

Опыт 2. Определение состава раствора по плотности.

Между составом раствора определенного вещества и плотностью раствора существует однозначная, близкая к линейной, зависимость, выражаемая в табличной форме. Это позволяет, определив плотность раствора, найти его состав с помощью таблицы. Если экспериментальное значение плотности отсутствует в таблице, используют метод интерполяции.

В данном опыте вы должны определить состав концентрированного раствора щелочи по указанию преподавателя.

Работать с концентрированным раствором щелочи нужно очень осторожно, избегая попадания его на руки и особенно в глаза!

Определите по справочным данным предполагаемую плотность вашего раствора, выберите нужный ареометр и измерьте плотность раствора. Ареометр после измерения промойте водой, протрите фильтровальной бумагой и только затем ставьте в коробку, в то же гнездо.

По таблицам определите массовую долю щелочи в растворе.

Опыт 3. Приготовление раствора с заданной молярной концентрацией из концентрированного раствора.

Рассчитайте объем концентрированного раствора щелочи, необходимый для приготовления одного из разбавленных растворов по указанию преподавателя.

Растворы (по 100 мл): а) 0,1М NaOH; б) 0,15М NaOH; в) 0,1М KOH; г) 0,125М KOH; д) 0,17М NaOH; е) 0,09М NaOH.

Раствор с заданной молярной концентрацией готовится в мерной колбе соответствующего объема. Проверьте чистоту колбы и сполосните ее дистиллированной водой. Необходимый объем концентрированного раствора отмеряется градуированной пипеткой. Пипетку предварительно сполосните раствором. Для этого наберите в нее немного раствора и вращайте в горизонтальном положении, чтобы раствор смочил все стенки пипетки, затем раствор слейте.

Отмерьте в мерную колбу рассчитанный объем раствора, налейте в нее примерно треть объема воды и перемешайте. Затем осторожно доведите объем раствора до метки. Последние миллилитры воды нужно добавлять по каплям. После доведения до метки мерную колбу закрывают пробкой и, переворачивая, тщательно перемешивают раствор.

Поскольку состав концентрированных растворов обычно определен с малой точностью, а также из-за погрешностей при приготовлении раствора, точная концентрация полученного раствора верифицируется титрованием (см. далее, опыт 5).

Опыт 4. Приготовление растворов с точной концентрацией из фиксаналов (групповой)

Фиксаналами (стандарт-титрами) называются точные навески растворимых веществ, запаянные в стеклянные ампулы. Как правило, величина навески рассчитана на приготовление 1 литра 0.1 н. раствора, что указывается на ампуле. При приготовлении растворов

из фиксаналов необходимо заботиться о том, чтобы все содержимое ампулы полностью было перенесено в мерную колбу, а также, чтобы не загрязнить получаемый раствор.

Приготовьте мерную колбу, воронку. Ампулу помойте и сполосните дистиллированной водой. Для разбивания ампулы приготовьте специальные стеклянные бойки, один из которых вставьте в воронку. Для споласкивания фиксанала потребуется промывалка с дистиллированной водой.

В одной руке держите воронку с бойком так, чтобы носик воронки был в горлышке мерной колбы, но сама воронка не касалась его. Другой рукой возьмите ампулу, и постепенно увеличивая усилия, ударяйте ею о боек, пока ампула не будет пробита. Если содержимое ампулы жидкое, не поднимая ампулы, дайте жидкости вытечь, разбавляя ее в воронке дистиллированной водой. Затем возьмите второй боек и, придерживая ампулу, пробейте в ней отверстие сверху. Из промывалки многократно (не менее 6-7 раз) промойте дистиллированной водой воронку, внутренние и наружные стенки ампулы, бойки. Ни одна капля при этом не должна быть потеряна. Затем воронку уберите, и доведите объем раствора до метки, затем раствор тщательно перемешайте.

Рассчитайте истинную концентрацию приготовленного раствора, учтя объем колбы и использованный фиксанал.

Опыт 5. Определение точной концентрации раствора щелочи титрованием

Титрованием называется измерение объема раствора вещества (рабочего раствора, титранта), необходимого для эквивалентного взаимодействия с точно отмеренной, с помощью пипетки с одним делением (пипетка на полный слив, пипетка Мора), пробой (аликвотой) раствора другого вещества (титруемое вещество). Точка эквивалентности обычно определяется с помощью индикатора.

В данном опыте Вы будете использовать в качестве рабочего раствора приготовленный Вами раствор щелочи (опыт 3), титруя им пробу раствора кислоты с точной концентрацией (опыт 4).

Для реакции сильной кислоты со щелочью в качестве индикатора обычно применяется фенолфталеин. Для проведения титрования нужны: бюретка, пипетка Мора для взятия аликвоты, колба для титрования, колба или химический стакан для слива.

Подготовка бюретки. Выданную бюретку сполосните дистиллированной водой, проверьте, не подтекает ли она. Слейте воду, и 2-3 раза ополосните рабочим раствором, наливая по 5-10 мл и сливая. Затем залейте в бюретку через воронку раствор щелочи выше нулевого деления и заполните носик бюретки. Перед началом титрования снимите воронку с бюретки и доведите уровень раствора в бюретке до нулевого деления.

В колбу для титрования (колба Эрленмейера) отмерьте 5 или 10 мл раствора кислоты. Для этого используется пипетка Мора, предварительно сполоснутая отмеряемым раствором. Добавьте в колбу около 50 мл дистиллированной воды и 2-3 капли раствора фенолфталеина.

На штатив под колбу положите лист белой бумаги и прибавляйте раствор щелочи из бюретки до появления устойчивой в течение 20 сек слабо-розовой окраски. Сначала раствор добавляют большими порциями, затем по каплям. Первое титрование проводят быстро, для получения примерного значения (ориентировочное титрование). Затем титрование повторяют 2-3 раза до получения сходящихся результатов, в пределах точности бюретки ($\pm 0,1$ мл).

Все данные заносят в лабораторный журнал, находят среднее значение объема раствора щелочи. Используя точную концентрацию раствора кислоты, находят мольное количество кислоты, содержащееся в пробе, по уравнению реакции – мольное количество

щелочи в израсходованном на титровании объеме раствора, и, зная этот объем, – молярную концентрацию раствора щелочи.

По окончании опыта сливают раствор щелочи из бюретки и несколько раз промывают ее дистиллированной водой.

Результаты наблюдений и расчетов занесите в таблицу:

№	V пробы, мл	V щел., мл	V ср.щ., мл	C к-ты, моль/л	v к-ты моль	v щел., моль	C щел. моль/л
1	5						
2	5						
3	5						
...							

Лабораторная работа № 7

КЛАССЫ НЕОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ.

ОКСИДЫ, КИСЛОТЫ, ОСНОВАНИЯ

Опыт 1 (групповой). Получение и свойства оксида фосфора (V)

Колбу прибора для сжигания (рис. 11) заполните кислородом.

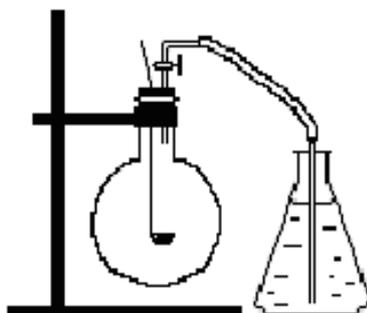


Рис. 11. Прибор для сжигания веществ

В ложечку прибора наберите немного красного фосфора. Зажгите фосфор от пламени спиртовки и быстро внесите в колбу для сжигания. Что наблюдаете? Отметьте цвет и агрегатное состояние

оксида фосфора (V). Когда колба остынет, опустите газоотводную трубку в воду и откройте кран. Что происходит? Испытайте полученный раствор индикаторной бумагой, напишите уравнения реакций получения оксида фосфора и его гидратации.

Опыт 2. Получение и свойства оксида магния

Подожгите ленту магния, держа ее тигельными щипцами над кафельной плиткой. Полученный продукт соберите в пробирку и добавьте 1-2 мл дистиллированной воды. Смесь нагрейте. Что наблюдается? Реагирует ли оксид магния с водой? Для проверки испытайте полученную смесь универсальной индикаторной бумагой. Проведите химические реакции, иллюстрирующие природу оксида магния.

Опыт 3. Получение гидроксида и оксида меди (II)

В пробирку налейте 1 мл раствора гидроксида натрия и добавьте по каплям раствор сульфата меди до выпадения осадка. Что наблюдается? Часть образовавшегося осадка перенесите в другую пробирку и нагрейте. Что происходит, почему? Полученные осадки сохраните. Напишите уравнения протекающих реакций.

Опыт 4. Получение и свойства оксида алюминия

Пластинку или проволоку из алюминия очистить наждачной бумагой. На свежую поверхность металла нанести каплю раствора соли ртути (**осторожно, растворы солей ртути ядовиты**).

Когда поверхность металла под раствором станет серой, каплю стряхнуть, мокрое место слегка протереть фильтровальной бумагой и оставить металл на воздухе. Наблюдать образование рыхлых хлопьев оксида алюминия и разогревание металла. Осторожно, с помощью стеклянной палочки, внести полученный оксид в пробирку и исследовать его на растворимость в воде, щелочи и кислоте.

Сделать заключение о свойствах оксида алюминия. Написать уравнения реакций.

Опыт 5. Получение и свойства гидроксидов

а) К концентрированному раствору силиката натрия добавить немного разбавленной (1:1) соляной кислоты и тщательно перемешать стеклянной палочкой. Что наблюдаете? Исследовать полученный гидроксид на растворимость в кислоте, щелочи. Сделать заключение о характере гидроксида. Написать уравнения реакций.

б) Получить двумя способами гидроксид кальция. Испытать индикатором реакцию среды. Записать свои наблюдения и уравнения реакций.

в) Получить гидроксид меди. Исследовать на растворимость в кислоте, щелочи. Пробирку с гидроксидом меди нагреть. Объяснить наблюдаемое, сделать вывод о свойствах гидроксида меди. Написать уравнения реакций.

Опыт 6 (групповой). Получение гидроксида взаимодействием металла с водой

Внимание! Работать со щелочными и щелочноземельными металлами нужно очень осторожно, т.к. они самовоспламеняются при попадании воды, а многие и на воздухе. Хранить щелочные металлы нужно в плотно закрытых склянках, под слоем минерального масла или керосина. **Запрещается брать кусочки щелочного металла руками!**

Брусочек металла выньте из склянки, положите на листок фильтровальной бумаги и быстро отделите кусочек размером с половину горошины (натрий, калий можно резать скальпелем, кальций - кусачками). Оставшийся металл немедленно верните в склянку, а отделенный кусочек перенесите пинцетом в термостойкий стакан, куда предварительно налито около 200 мл воды. **(Осторожно! Беречь глаза!)** Что наблюдается? По окончании реакции немного полученного раствора отлейте в пробирку и испытайте индикатором.

Опыт 7. Получение кислот реакцией обмена

В сухую пробирку поместите немного кристаллического хлорида натрия. Добавьте в пробирку 1-2 капли концентрированной серной кислоты и тут же закройте ее влажным ватным тампоном. Когда реакция прекратится, внесите в пробирку влажную индикаторную бумажку (не касаясь стенок пробирки). О чем говорит изменение окраски индикатора? Можно ли получить соляную кислоту взаимодействием растворов хлорида натрия и серной кислоты, хлорида бария и серной кислоты? Сформулируйте вывод, при каких условиях кислоты можно получить реакцией обмена.

Опыт 8. Получение солей

а) К прозрачному раствору гидроксида бария прилить разбавленной серной кислоты. Что наблюдаете? Написать уравнение реакции.

б) Налить в пробирку известковой воды и пропустить через согнутую трубку углекислый газ. Что наблюдаете в начале пропускания? Что происходит при длительном пропускании? Какие соли образуются в ходе пропускания? Написать уравнения реакций.

в) Налить в пробирку равное количество насыщенных растворов сульфата аммония и сульфата железа (II). Если осадок не появится, добиться этого потиранием палочкой о внутренние стенки пробирки. Написать уравнения реакции получения гексагидрата сульфата железа (II) – аммония (соль Морс).

г) Проведите реакцию между гидроксидом меди (опыт 3) и раствором серной кислоты. Что наблюдается?

Напишите уравнения реакций гидроксида меди с серной кислотой с образованием а) основной, б) средней, в) кислой соли.

Лабораторная работа № 8

КЛАССЫ НЕОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ. СОЛИ.

РАСПОЗНАВАНИЕ СОЛЕЙ

Опыт 1. Реакция солей с щелочами

В разные пробирки налейте по 1 мл растворов солей магния, меди, железа (III), железа (II), никеля, кобальта. Добавьте в каждую пробирку по 1 мл 5 %-ного раствора NaOH, перемешайте. Что наблюдаете? Напишите в общем виде молекулярное и ионное уравнения реакции соли MA_n с гидроксидом натрия. Отметьте цвета образовавшихся осадков. (При взаимодействии соли кобальта с раствором щелочи на первом этапе образуется основная соль синего цвета, которая под действием избытка щелочи переходит в грязно-розовый гидроксид; зеленоватый гидроксид железа (II) быстро бурет, окисляясь в гидроксид железа (III), – напишите соответствующие уравнения реакций).

Опыт 2. Реакция со щелочами солей, образованных амфотерными гидроксидами

Налейте в пробирку 1 мл раствора соли алюминия или цинка, по каплям, перемешивая, приливайте раствор щелочи. Наблюдайте выпадение и последующее растворение осадка. Напишите в молекулярном и ионном виде реакции получения гидроксида и его растворения.

Опыт 3. Реакция со щелочами солей аммония и серебра

В том случае, если соответствующие гидроксиды неустойчивы, при взаимодействии солей со щелочами могут образовываться продукты разложения гидроксидов.

В две пробирки налейте по 1 мл растворов солей аммония и серебра. В каждую добавьте по 1 мл раствора щелочи. Что наблюдается? Пробирку, в которой находилась соль аммония, слегка нагрейте (в стакане с горячей водой), осторожно понюхайте и внесите

в верхнюю часть пробирки (не касаясь стенок) влажную индикаторную бумажку. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Опыт 4. Реакция солей с кислотами

Налейте в три пробирки растворы карбоната, силиката, ацетата натрия или калия. Добавьте в каждую пробирку по 1 мл раствора серной кислоты. Что наблюдается? На листок фильтровальной бумаги стеклянной палочкой нанесите каплю раствора из пробирки, в которой находился ацетат натрия, осторожно понюхайте. Запах какого вещества ощущается?

Напишите уравнения реакций, сделайте вывод о возможности протекания реакции обмена солей с кислотами.

Опыт 5. Реакции обмена между солями

В три пробирки налейте по 1 мл растворов а) хлорида бария, сульфата магния, нитрата свинца. Добавьте в каждую по 1-2 капли растворов: в первую – нитрата серебра, во вторую – хлорида бария, в третью – иодида калия. Запишите свои наблюдения и уравнения реакций в молекулярном и ионном виде. Содержимое третьей пробирки слейте в коническую колбу с дистиллированной водой, нагрейте до растворения осадка и оставьте охлаждаться. Что наблюдается?

Опыт 6. Окислительно-восстановительные реакции

Наряду с реакциями обмена соли могут вступать и в окислительно-восстановительные реакции, что тоже может быть использовано для их распознавания.

В пробирку с раствором нитрата калия или натрия поместите кусочек меди и добавьте несколько капель концентрированной серной кислоты. Закройте пробирку влажным ватным тампоном и подогрейте в стакане с горячей водой. На белом фоне определите окраску образовавшегося газа. Напишите уравнение реакции нитрата с медью в присутствии серной кислоты.

Опыт 7. Образование комплексных соединений

Характерны для многих солей и реакции образования комплексных соединений. Многие комплексы d-элементов окрашены, что позволяет использовать эти реакции для обнаружения этих солей.

Налейте в пробирку несколько капель раствора меди и добавьте концентрированный раствор аммиака до растворения первоначально выпадающего осадка основной соли. Отметьте цвет раствора. Напишите уравнения реакций.

На основании проделанных опытов составьте общую таблицу качественных реакций катионов и анионов солей (можете дополнить ее другими, известными вам реакциями):

Определяемый ион	Реагент (ион)	Признаки реакции
Катионы: Fe^{3+}	NaOH (OH^-)	бурый осадок $\text{Fe}(\text{OH})_3$
...		
Анионы: ...		

ПРИЛОЖЕНИЕ

Плотности водных растворов важнейших кислот и щелочей (г/мл)

	H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	NaOH	KOH	NH ₃
5	1,033	1,026	1,023	1,052	1,044	0,977
10	1,067	1,054	1,043	1,110	1,090	0,958
15	1,102	1,084	1,073	1,162	1,138	0,940
20	1,140	1,115	1,098	1,220	1,187	0,923
25	1,178	1,147	1,124	1,272	1,236	0,907
30	1,219	1,180	1,149	1,329	1,288	0,892
35	1,260	1,215	1,174	1,380	1,341	0,880
40	1,303	1,246	1,198	1,430	1,394	
45	1,348	1,278		1,478	1,452	
50	1,395	1,310			1,510	
55	1,445	1,339				
60	1,498	1,366				
65	1,553	1,392				
70	1,610	1,414				
80	1,727	1,452				
90	1,815	1,482				
100	1,831	1,513				