

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования

Воронежский государственный архитектурно-строительный университет

Кафедра химии

№ 363

НАЧАЛА ХИМИЧЕСКОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

*Методические указания
к выполнению практических работ
для бакалавров, обучающихся по направлению 020900.62 (511700)
«Химия, физика и механика материалов»*

Воронеж 2012

УДК 54.00
ББК 24.00

Составители О.В. Артамонова, Е.А. Хорохордина

Начала химического эксперимента: метод. указания к выполнению практических работ для бакалавров, обучающихся по направлению 020900.62 (511700) «Химия, физика и механика материалов» / Воронежский ГАСУ; сост.: О.В. Артамонова, Е.А. Хорохордина. – Воронеж, 2012. – 37 с.

Содержат краткие теоретические сведения для выполнения практических работ по дисциплине «Материалы: прошлое, настоящее, будущее»: порядок проведения опытов, способы обработки результатов и описание применяемых приборов.

Предназначены для бакалавров, обучающихся по направлению 020900.62 (511700) «Химия, физика и механика материалов» 1-го курса дневной формы обучения.

Ил. 20. Табл. 7. Библиогр.: 4 назв.

УДК 54.00
ББК 24.00

Печатается по решению редакционно-издательского совета
Воронежского государственного архитектурно-строительного университета

Рецензент – А.М. Самойлов, д.х.н., профессор
кафедры материаловедения и индустрии наносистем
Воронежского государственного университета

ВВЕДЕНИЕ

Целью данных методических указаний является: во-первых, подробное изучение химических приборов и посуды, а также правил выполнения практических работ; во-вторых, отработка навыков получения и очистки неорганических соединений, а также исследования их свойств.

В течение практических работ студенты знакомятся как с простейшими приемами (основами лабораторной техники, посудой, "мокрыми" операциями по очистке и синтезу веществ и т.п.), так и со сложным современным оборудованием для проведения ключевых этапов синтеза (обжиговые печи, мельницы) и анализа веществ. Кроме этого, студенты получают представление и об основных простейших методиках идентификации и исследованиях неорганических веществ (в частности, неорганических вяжущих веществ).

Методические указания разделены на две части. Первая из них знакомит студентов с правилами работы в химической лаборатории, а также с подробными практическими указаниями и описаниями приборов самых разнообразных конструкций для специального назначения.

Вторая посвящена описанию экспериментальных методик и приемов выполнения практических операций. Такое деление позволяет студентам легко перейти от теории к практике. Таким образом, лучше усваивается и лекционный материал по дисциплине «Материалы: прошлое, настоящее будущее».

В методических указаниях также подробно рассмотрены некоторые пункты правил техники безопасности, относящиеся к операциям, кажущимся тривиальными.

1. ПРИБОРЫ И ТЕХНИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ПРАКТИЧЕСКИХ РАБОТ

1.1. Правила работы в лаборатории и организация рабочего места

С самого начала работы в лаборатории студент должен приучить себя к аккуратности и вниманию, так как ему приходится оперировать малыми количествами веществ и пользоваться хрупкими приборами.

Основным местом выполнения лабораторных работ является рабочий стол, на котором необходимо соблюдать безукоризненную чистоту. Только при аккуратной работе можно добиться успеха; грязь нередко бывает причиной искажения результатов эксперимента. *Поэтому в работе следует пользоваться только незагрязненными реактивами, чистой посудой и приборами, промытыми дистиллированной водой.*

Следует работать без лишней торопливости, не проливать и не просыпать реактивы. Если все же это случилось, нельзя ссыпать загрязненный реактив обратно в склянку с чистым реактивом, а следует собрать его и передать лаборан-

ту. Стол (или другой испачканный предмет) нужно тотчас же вымыть и вытереть. Если во время работы будет пролита кислота или щелочь в большом количестве, нужно сообщить о случившемся лаборанту. Вытирать кислоту и щелочь следует *быстро*, так как эти реактивы портят стол, и *осторожно*, чтобы не прожечь одежду и не повредить руки. *Особенно осторожно следует обращаться с концентрированными щелочами и кислотами.* Попавшую на тело концентрированную кислоту (или щелочь) нужно быстро смыть струей воды и затем обратиться к лаборанту за помощью.

При всех несчастных случаях необходимо тотчас обращаться к лаборанту или преподавателю!

Во время проведения опыта на рабочем месте не должно быть ничего лишнего; все предметы следует расставить в определенном порядке так, чтобы их удобно было брать, не задев за стоящую рядом горелку, склянку с реактивом или прибор. Удобнее всего штатив с пробирками и набором реактивов ставить посередине стола, справа от него оставить свободное место для лабораторного журнала и руководства, слева поместить горелку, металлический штатив, ванночку, промывалку и др. Под рукой всегда должны находиться тряпка, полотенце и асбестовый картон.

Горячие и особенно раскаленные предметы можно ставить только на асбестовый картон.

Следует бережно обращаться с приборами и с реактивами. Дорогостоящие и ядовитые реактивы после проведения с ними работы нельзя выливать в раковину. К таким реактивам относятся растворы, содержащие соединения серебра, ртути и др. Их нужно сливать в специальные склянки.

Аммиачные растворы солей серебра нельзя оставлять на длительное время, так как может образоваться ***взрывчатое вещество - гремящее серебро.***

В лаборатории следует соблюдать правила безопасной работы. Нельзя работать с легковоспламеняющимися веществами вблизи зажженной горелки. ***С ядовитыми и неприятно пахнущими веществами следует работать под тягой!*** Выполняя опыты, нужно пользоваться растворами только указанной концентрации и соблюдать рекомендуемую дозировку.

Нельзя брать реактивы и капельные пипетки из чужих штативов, так как это не только нарушает порядок работы, но может быть причиной загрязнения реактивов. Если какие-либо реактивы или лабораторные принадлежности отсутствуют, следует обратиться к лаборанту.

Склянки с реактивами общего пользования должны находиться на определенном месте; их нельзя переносить на рабочие столы.

Порядок и чистоту необходимо поддерживать не только на своем рабочем месте, но и во всей лаборатории. Воспрещается бросать в водопроводные раковины бумагу, битое стекло и пр.; для этого в лаборатории имеются специальные сосуды.

Запрещается поглощать пищу в лаборатории!

При выполнении практических работ все наблюдения нужно записывать в специальную тетрадь - лабораторный журнал - непосредственно после каждого опыта. Не следует делать записи в черновиках и на отдельных листочках бумаги.

После окончания работы нужно проверить, закрыт ли газовый кран, вымыть все пробирки и детали приборов, проверить в порядке ли штатив с реактивами, убрать рабочее место. Взятые для работы приборы сдать дежурному лаборанту.

1.2. Лабораторные приборы и посуда

Лабораторные приборы делятся на приборы общего и индивидуального пользования. К первым относятся весы, сушильные шкафы, муфельные печи, центрифуги, сушилки для посуды, микроскопы и др. Эти приборы стоят в лаборатории постоянно, и студенты пользуются ими по мере надобности в течение всего учебного года.

Приборы индивидуального пользования: газовая горелка, металлический штатив с набором колец и лапок остаются постоянно на рабочих местах. Другие приборы и посуду студенты получают от лаборанта. В зависимости от темы работы дополнительно могут быть выданы: конические колбы или колбы Эрленмейера, бюретки, мерные пипетки, воронки, химические стаканы, бюксы, стеклянные и резиновые трубки и другие детали для составления приборов, штатив для пробирок, пинцет, тигельные щипцы, водяная баня, паяльная трубка, фарфоровый треугольник, термометры и др.

1.2.1. Газовые горелки

В лабораториях обычно пользуются газовыми *горелками Теклю* (рис. 1, а) или *Бунзена* (рис. 1, б). *Горелка Теклю* состоит из подставки (1), на которой креплены трубка (2) и диск (3). Газ в горелку поступает через отросток (4), соединяющийся с газовым краном резиновым шлангом. Резиновый шланг должен быть упругим, эластичным и плотно надеваться как на отросток горелки, так и на отросток газового крана. Газ в трубку горелки из отростка (4) поступает через трубочку (6), а в щель между диском (3) и нижней конической частью трубки поступает воздух, который смешивается с газом в длинной трубке (2).

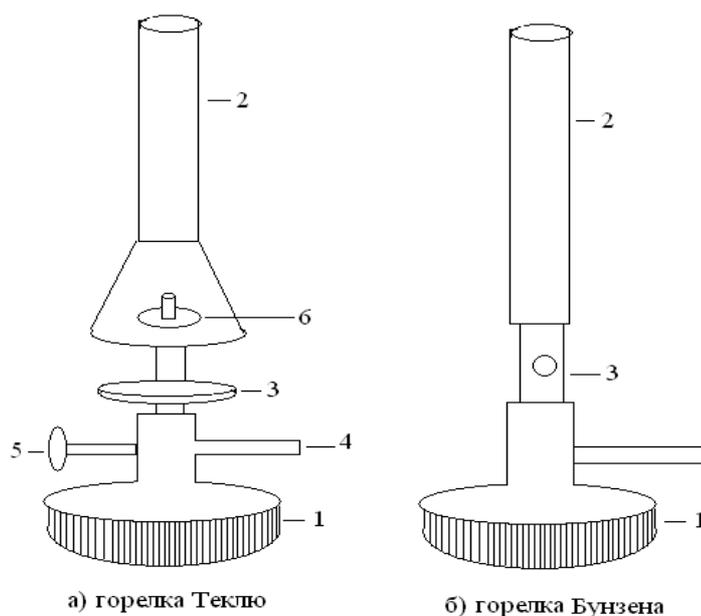


Рис. 1. Лабораторные газовые горелки: а) горелка Теклю: 1 – подставка, 2 – трубка, 3 – диск регулировки подачи воздуха, 4 – отросток для присоединения к газовому крану, 5 – регулировочный винт, 6 – трубочка для подачи газа в горелку; б) горелка Бунзена: 1- подставка, 2 – трубка, 3 – муфта для регулировки подачи.

В зависимости от количества подаваемого воздуха изменяется и степень сгорания газа, а следовательно, и температура пламени. Если диск (3) вплотную довести до конической части трубки, то есть закрыть щель и прекратить подачу воздуха, сгорание газа будет неполным, пламя будет светящимся и коптящим. Если же щель сделать слишком большой, то подача воздуха сильно увеличится, воздух начнет «продувать» газ, горелка или погаснет, или, как иногда говорят, «пламя проскочит», будет гореть внутри трубки, которая сильно накалится. И в том, и в другом случае горелкой пользоваться нельзя. Необходимо устанавливать диск в такое положение, чтобы подача воздуха была достаточной для полного сгорания газа, но не слишком большой, чтобы газ горел без шума и копоти, ровным пламенем.

У *горелки Бунзена* для регулирования подачи воздуха на нижней части трубки имеется отверстие, которое прикрывается муфтой. Вращая муфту, можно уменьшать или увеличивать отверстие и таким образом уменьшать или увеличивать подачу воздуха. Подачу газа в горелку в основном регулируют газовым краном; горелка Теклю для этой цели снабжена еще винтом (5) (горелка Бунзена такого приспособления не имеет).

1.2.2. Правила пользования газовой горелкой

1. Закрывают полностью щель между конической частью трубки горелки и диском, закручивая диск до отказа.

2. Открывают газовый кран и зажигают. Проводят горячей спичкой около регулировочного винта и отрезка с соединяющей трубкой, проверяя, нет ли утечки газа. Если где-либо возникло пламя, подачу газа прекращают, закрывая газовый кран, и приводят горелку в порядок. **Неисправной горелкой пользоваться нельзя!**

3. Подачу воздуха регулируют поворотом диска (или муфты), следя за тем, чтобы пламя перестало коптить, горело без шума и не было «проскока» пламени. Если пламя все же «проскочило», необходимо прекратить подачу газа, закрыв газовый кран, *дождаться, пока горелка остынет*, завинтить диск до отказа и снова зажечь горелку.

4. *Нельзя тушить горелку с помощью регулировочного винта! Регулировочный винт предназначен для тонкой регулировки подачи газа в горелку. Гасят горелку, закрывая газовый кран!*

5. Пламя правильно горящей горелки прозрачно и имеет голубоватый оттенок. Оно не светится и не коптит. В нем ясно различаются две зоны (рис. 2).

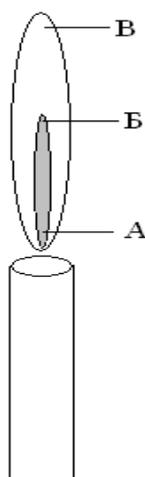


Рис. 2. Строение пламени

Внутренняя зона пламени имеет температуру 300 – 350 °С. В нижней ее части *А* происходит разложение светильного газа, а в верхней *Б* – неполное горение с выделением свободного углерода, раскаленные частицы которого светятся. Часть пламени *Б* называется «восстановительной», так как частицы углерода легко окисляются, т. е. являются восстановителем. Наиболее высокая температура пламени (до 1500 градусов) достигается в почти бесцветной зоне *В*, где горение газа проходит наиболее энергично, благодаря большому притоку воздуха. Эта часть пламени называется «окислительной», при нагревании в ней вещество соединяется с кислородом.

Пользуясь горелкой, не следует нагреваемый предмет глубоко опускать в пламя, необходимо его помещать так, чтобы верхняя, наиболее горячая часть пламени лишь слегка касалась предмета. Тогда нагревание будет наиболее эф-

фективным. Использование окислительных и восстановительных свойств пламени указывается в соответствующих работах.

1.2.3. Металлический штатив

Металлический штатив (рис. 3) состоит из подставки (1), стержня (2) высотой 25-30 см и диаметром 0,4-0,5 см. К штативу прилагаются две муфты (3), длина большего ребра муфты примерно равна 4 см. Одно отверстие служит для укрепления муфты с помощью винта (4) на штативе, другое – для укрепления лапки (5) или кольца (6).

Лапка состоит из узкого стержня длиной 2 см и диаметром 0,3 – 0,4 см и шириной прямоугольной части с круглым отверстием диаметром 1,5 – 1,6 см.

Предмет (колбочка или пробирка) закрепляется в лапке с помощью винта. Стержень лапки также закрепляется в муфте винтом. Поворачивая стержень лапки в отверстии муфты, можно придавать закрепленному в лапке предмету любое положение - горизонтальное, вертикальное или наклонное. Кольцо (6) имеет диаметр 3 - 3,5 см; длина стержня 4- 4,5 см.

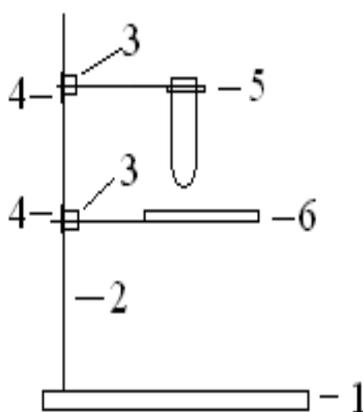


Рис. 3. Металлический штатив: 1 – подставка; 2 – стержень; 3 – муфты; 4 – закрепляющие винты; 5 – лапка; 6 – кольцо

1.2.4. Промывалка и ванночка

Промывалкой может служить обыкновенная плоскодонная колба емкостью 300 – 500 мл с резиновой пробкой, в которую вставлены две трубки. Одна из них изогнута под острым углом и имеет оттянутый конец, второй ее конец опущен почти до дна колбы. Другая трубка, изогнутая под тупым углом, входит внутрь колбы не более чем на 1-2 см (рис. 4).

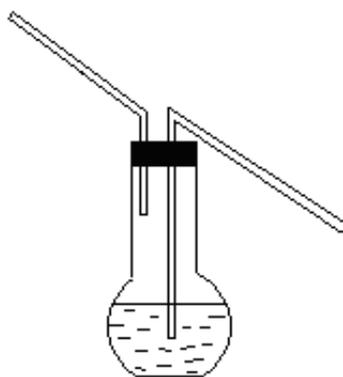


Рис. 4. Промывалка

Через короткую трубку вдувают воздух, и вода под давлением вытекает тонкой струёй через длинную трубку. Ванночка, кристаллизатор или какой-либо другой сосуд служат для сливания отработанных растворов и воды после ополаскивания посуды.

1.2.5. Штатив с набором реактивов и лабораторных принадлежностей

Штатив похож на открытый шкафчик, длина его 45 см, ширина 22 см, высота 40 – 43 см. Он состоит из пяти полочек, на каждой из них имеется два ряда отверстий, кроме верхней, имеющей только один ряд. На нижней полочке в переднем ряду 19 отверстий с диаметром 12-13 мм и одно 18-20 мм.

В переднем ряду второй, третьей, четвертой и пятой полочек имеется по 15 отверстий диаметром 18 – 20 мм. Отверстия второго ряда, меньшего диаметра, расположены под отверстиями первого ряда верхних полочек и служат для того, чтобы пробирки стояли устойчиво. Внизу имеются два выдвижных ящика высотой 4 - 4,5 см для хранения тиглей, палочек и других мелких предметов.

На самой нижней полочке помещают пробирки с сухими реактивами, десять рабочих пробирок для проведения реакций и большую пробирку, в которой находятся стеклянные палочки и пипетки. Вторая полочка снизу предназначена для дистиллированной воды, кислот и щелочей, раствора лакмуса и других индикаторов. Третья, четвертая и пятая полочки предназначены для всех остальных реактивов, которые могут меняться в соответствии с темой работы.

Для хранения сухих реактивов используют плоскодонные пробирки объемом 3 - 4 мл, диаметром 0,7 - 1 см и высотой 4,5 - 5 см. Пробирки закрывают резиновыми или корковыми пробками с круглым отверстием посередине, в которое вставлен ***микрошпатель*** (рис. 5).



Рис. 5. Реактивная пробирка с микрошпателем

Растворы наиболее употребляемых реактивов хранятся в **реактивных пробирках** (рис. 6), которые закрыты пришлифованными капельными пипетками.

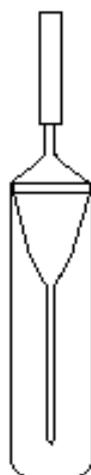


Рис. 6. Реактивная пробирка с пришлифованной пипеткой

На **реактивные склянки** наклеивают этикетки с указанием названия и формулы соответствующего реактива. Чтобы надпись на этикетках не смывалась и не разрушалась, их целесообразно покрывать слоем парафина.

В лабораторных работах используются **пробирки: конические** (рис. 7, а) емкостью 5 – 6 мл и **цилиндрические** емкостью 8 – 10 мл (рис. 7, б).

Если при описании опытов не указано, в какой пробирке проводить операцию, следует пользоваться конической пробиркой.

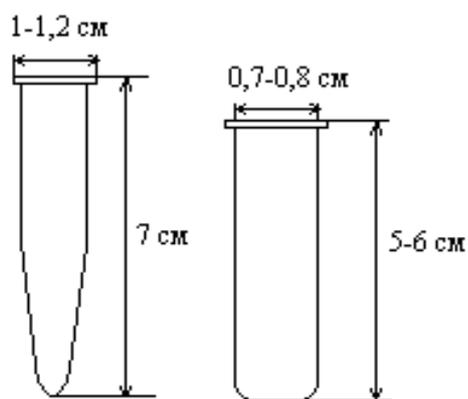


Рис. 7. Пробирки: а – коническая, б – цилиндрическая

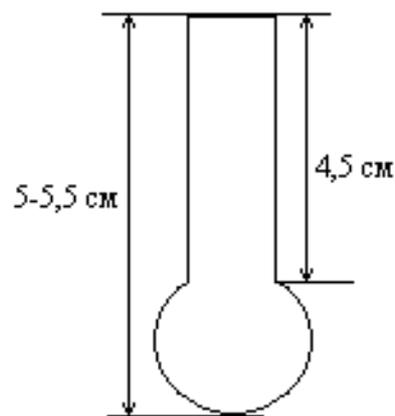


Рис. 8. Колба круглодонная

Кроме того, к штативу прилагаются *плоскодонные* и *круглодонные колбочки* (рис. 8), *тигли фарфоровые, фарфоровые чашки* для выпаривания диаметром 3 - 5 см, *пипетки капиллярные* (рис. 9), *стеклянные палочки* с оплавленными концами, *ерши* для мытья посуды (рис. 10), *фильтровальная бумага* и *асбестовый картон*.

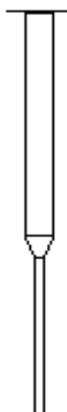


Рис. 9. Пипетка капиллярная

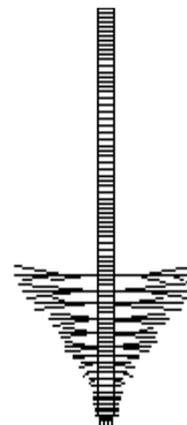


Рис. 10. Ерш для мытья посуды

Если для проведения работы требуется большое число пробирок, студенты пользуются небольшими деревянными или пластиковыми *штативами* (рис. 11). Перед началом работы следует ополоснуть чистую посуду дистиллированной водой, а если надо, высушить ее. После окончания работы следует тщательно вымыть посуду и приборы.

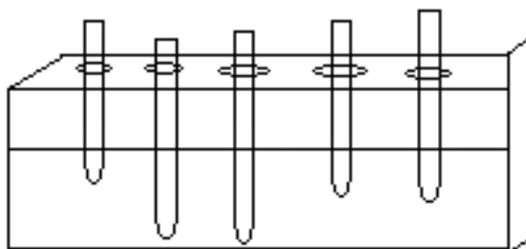


Рис. 11. Штатив для пробирок

Механические загрязнения удаляют с помощью ерша или стеклянной палочки с резиновым наконечником. Сильно загрязненные капилляры, стеклянные трубки, пробирки, тигли и другие приборы, которые не отмываются водой, опускают в стакан с соляной или азотной кислотой, поставленный для общего пользования в вытяжном шкафу. После полной очистки предметов кислоту осторожно сливают в стоящий рядом стакан, а промытые ей предметы ополаскивают несколько раз водой под краном, не извлекая их из стакана. После этого их вынимают, еще раз промывают водопроводной водой, а затем ополаскивают дистиллированной водой.

1.3. ТЕХНИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ОПЫТОВ

1.3.1. Взятие вещества

При выполнении практической работы используют небольшое количество веществ. Хранят их в реактивных пробирках и берут оттуда или *микрошпателем* (твердые, сыпучие вещества), или пипеткой (жидкости).

В пробку каждой пробирки с твердым веществом должен быть вставлен свой шпатель. Не следует употреблять один и тот же микрошпатель для различных веществ. Перенося твердое вещество в рабочую пробирку, шпатель надо держать над отверстием пробирки, *не опуская его внутрь последней*. После того как требуемое количество вещества перенесено, шпатель сразу же следует опустить обратно в пробирку с соответствующим реактивом.

Растворы реактивов в количестве 2 - 10 капель берут *капельными* или *капиллярными пипетками* (рис. 9). Пипетки могут быть с открытым верхним концом и с концом, закрытым резиновым колпачком или кусочком резиновой трубки со вставленной в нее стеклянной бусинкой. Чтобы наполнить раствором первую пипетку, ее следует опустить в пробирку с реактивом, оставляя при этом открытым верхний конец. После того как жидкость войдет в пипетку, плотно закрывают верхнее отверстие указательным пальцем и, вынув из раствора, подносят к отверстию рабочей пробирки. Затем, слегка приподняв палец, выливают 2 - 3 капли жидкости в пробирку. После этого, снова закрыв отверстие пипетки, переносят ее обратно в реактивную пробирку. Во избежание за-

грязнения реактивов ни в коем случае конец пипетки не опускать внутрь рабочей пробирки и не касаться ее внутренних стенок. Для наполнения пипетки с резиновым колпачком ее опускают в раствор и слегка сжимают и разжимают колпачок двумя пальцами. Жидкость поднимается в образовавшееся разреженное пространство. Наполненную раствором пипетку вынимают и подносят к отверстию рабочей пробирки. Резиновый колпачок снова сжимают, при этом несколько капель раствора выливается в рабочую пробирку.

1.3.2. Взвешивание

Для выполнения практических работ по общей и неорганической химии вполне достаточно взвешивать исходные реактивы и определять количество продуктов реакции с точностью до 0,02 г. Для этого удобнее всего пользоваться **технохимическими весами**. Если же по ходу работы необходимо определить массу вещества с точностью до 0,0002 г, то нужно пользоваться **аналитическими весами**. **Технохимические весы** (рис. 12) обычно помещают непосредственно в лаборатории, на отдельном столике.

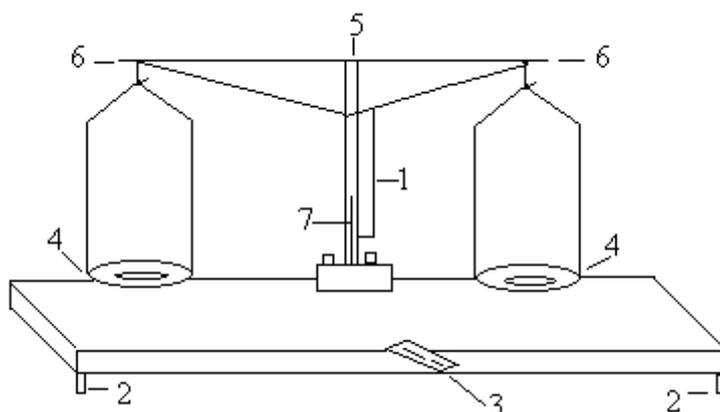


Рис. 12. Технохимические весы: 1 – отвес; 2 – установочные винты; 3 – арретир; 4 – чашки; 5 – коромысло; 6 – регулировочные винты; 7 – стрелка

Весы смонтированы на подставке, имеющей установочные винты (2), с помощью которых весы устанавливаются горизонтально по отвесу подвешиваются чашки весов. Чтобы призма не снашивалась, в нерабочем состоянии коромысло с чашками поднимают с нее специальным приспособлением – арретиром (3). Для того чтобы проверить установку весов, осторожно поворачивают ручку арретира, чашки весов освобождаются и начинают покачиваться. Поворачивать арретир при взвешивании следует очень осторожно, без рывков, чтобы не сбить установку весов. Ставить взвешиваемый предмет или разновесы на чашки весов или снимать их можно только при зафиксированных чашках, т.е.

когда арретир закрыт. Устанавливают и уравнивают весы лаборанты. Около весов должна находиться коробочка с разновесом и пинцетом.

1.3.3. Правила взвешивания на теххимических весах

1. Весы нельзя переносить с одного места на другое.
2. Обращаться с весами надо осторожно и аккуратно.
3. В начале работы следует проверить:
 - а) по отвесу – горизонтально ли стоят весы; неправильность положения устраняется с помощью двух установочных винтов;
 - б) по отклонению стрелки в обе стороны во время качания при открытом арретире – находятся ли весы в равновесии; если отклонения неодинаковы, весы уравнивают с помощью винтов на концах коромысла.
4. На чашки весов нельзя ставить горячие или грязные предметы.
5. Класть на весы разновесы и взвешиваемые предметы, а также снимать их с чашек можно только при арретированных весах.
6. Взвешиваемый предмет надо класть на левую чашку весов. Вещества взвешивают на часовом стекле, в бюксе или на бумаге.
7. Разновесы надо ставить на правую чашку весов и никогда не класть на чашку весов рядом с взвешиваемым предметом.
8. Разновесы следует *брать только пинцетом*; они должны находиться или на чашке весов, или на своих местах в ящике.
9. В течение одной работы все взвешивания должны производиться на одних и тех же весах и одними и теми же разновесами.
10. При взвешивании разновес следует ставить на чашку весов, начиная с большего и постепенно переходя к меньшему.
11. По окончании взвешивания записывают цену всех положенных на весы разновесов по пустым гнездам ящика, а затем запись проверяют по разновесам на чашке весов. После этого суммируют массы и разновес убирают в ящик.
12. В конце работы весы должны оставаться чистыми и в полном порядке.

Аналитические весы отличаются от теххимических большей точностью и чувствительностью. На аналитических весах студентам разрешается работать только под наблюдением преподавателя или лаборанта. Устройство весов описывается в прилагаемой к ним инструкции. В лаборатории, где размещаются аналитические весы, поддерживают постоянную температуру и влажность воздуха. Работу с аналитическими весами выполняют строго по инструкции, прилагаемой к каждому типу весов. Взвешивание проводят после объяснения и под руководством преподавателя.

1.3.4. Нагревание

Нагревание веществ можно вести открытым пламенем горелки на асбестированной сетке и на **водяной бане**. Для нагревания открытым пламенем вещество помещают в пробирку так, чтобы пробирка была заполнена не больше

чем на 1/3. Если вещество нужно нагреть слегка, то пробирку закрепляют в немного наклонном положении в лапке штатива. После этого берут горелку в руки и осторожно водят пламенем по пробирке, равномерно обогревая ее, при этом *направляют отверстие пробирки в сторону от себя и от работающих рядом товарищей*. Точно так же нагревают вещество в круглодонной колбочке.

Нагревание в фарфоровых чашках и тиглях проводят следующим образом: на подставку-треножник кладут асбестированную сетку (или кусок асбестового картона) и на нее ставят чашечку (тигель). Горелку можно заменить электроплиткой (сетку кладут непосредственно на плитку). Нагревание на плитке происходит более равномерно.

В тех случаях, когда необходимо вести нагревание длительное время и при температуре, не превышающей 100 °С, или иметь определенную постоянную температуру раствора, применяют *водяную баню*. Ею же обычно пользуются и при нагревании пробирок с концентрированными растворами кислот и щелочей.

В тех случаях, когда водяная баня должна заменить *термостат*, берут химический стакан емкостью 200 мл, наполняют его на 3/4 объема водой и на дно кладут несколько кусочков капиллярных трубок, запаянных с одного конца, чтобы избежать толчков при кипении воды. Стакан закрывают деревянной или металлической крышкой, имеющей несколько отверстий для пробирок и одно для термометра (рис. 13).

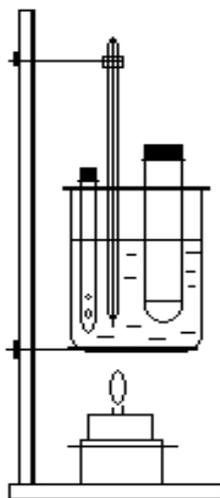


Рис. 13. Водяная баня

Воду нагревают до необходимой температуры, после чего пламя горелки устанавливают так, чтобы температура воды оставалась постоянной (*отклонения не должны превышать $\pm 0,5^\circ \text{C}$ – следить по термометру!*).

Водяная баня выдается студентам в индивидуальное пользование, однако (рис. 13) могут быть использованы также общие водяные бани – газовые и электрические. У обычных бань этого типа металлические кольца, закрывающие баню сверху, заменяются крышкой с отверстиями для пробирок и для

фарфоровой чашечки. Электрические бани должны включаться в сеть через реостат, чтобы можно было регулировать температуру нагрева.

1.3.5. Растворение твердых веществ

Для растворения твердого вещества – порошка, мелких кристаллов или части полученного осадка – его вводят шпателем в коническую пробирку. Если растворение происходит без нагревания, добавляют 5 – 10 капель дистиллированной воды (или другого растворителя) и встряхивают пробирку или размешивают стеклянной палочкой до полного растворения твердого вещества. Если для растворения твердого вещества требуется длительное нагревание, операцию проводят в фарфоровой чашечке или тигле. Крупные кристаллы вещества предварительно измельчают в ***фарфоровой ступке*** (рис. 14).

Чтобы растворить осадок, его сначала отделяют от жидкости, для чего дают осадку отстояться (или центрифугируют раствор), и удаляют жидкость капиллярной пипеткой. Затем в пробирку при помешивании стеклянной палочкой добавляют несколько капель соответствующего реактива до полного растворения осадка. Если осадок нужно растворить, не отделяя жидкость, то в пробирку сразу добавляют несколько капель растворителя и смесь осторожно встряхивают. В любом случае не должно быть избытка.



Рис. 14. Фарфоровая ступка с пестиком

Если растворение идет медленно, смесь слегка подогревают. Растворять твердые вещества можно также на фарфоровой или стеклянной пластинке. Для этого каплю исследуемого раствора с осадком помещают на пластинку и прибавляют к ней 1 – 2 капли растворителя. Если пластинка имеет углубление, осадок и растворитель помещают в это углубление. Для ускорения растворения реагенты перемешивают стеклянной палочкой.

1.3.6. Осаждение

Вещества из раствора осаждают в конической или цилиндрической пробирке. В обоих случаях в пробирку вносят капельной пипеткой 2 – 3 капли раствора и, пользуясь другой пипеткой, также по каплям добавляют соответствующий реактив до образования осадка. Если осаждение должно происходить

при нагревании, цилиндрическую пробирку подогревают на огне, а коническую ставят на несколько минут в водяную баню. Осаждение можно проводить также на фарфоровой или стеклянной пластинке с углублением. Для этого в углубление вносят по одной капле исследуемых растворов и сверху к ним добавляют 1 – 2 капли осадителя до образования осадка.

1.3.7. Отделение осадка от раствора

Осадок отделяют от раствора отстаиванием или центрифугированием. В первом случае пробирку со смесью раствора и осадка ставят на некоторое время в штатив. Раствор над осадком должен стать прозрачным. Для отделения осадка путем центрифугирования пользуются ручной или электрической *центрифугой*. Чтобы центрифуга была нагружена равномерно, в противоположные гнезда вставляют пробирки с одинаковым количеством раствора или просто с водой.

Прозрачный раствор, образовавшийся над остатком в результате отстаивания или центрифугирования (фильтрат), по возможности полнее, удаляют из пробирки пипеткой. Если отобранный раствор нужен для следующего опыта, его переносят в чистую пробирку.

1.3.8. Выпаривание растворов и высушивание осадков

Для выпаривания раствор помещают в фарфоровую чашку или тигель так, чтобы жидкость заполнила его не больше чем на $\frac{2}{3}$ объема. Чашечку или тигель ставят на асбестированную сетку и нагревают газовой горелкой или электроплиткой. Необходимо следить, чтобы не происходило разбрызгивание жидкости. Во избежание этого пламя горелки уменьшают, а окончательное выпаривание проводят на водяной бане. Полученный после выпаривания осадок влажен, но его нельзя высушивать полностью на горелке, так как может произойти разложение вещества. Поэтому для получения вещества определенного состава осадок помещают в сушильный шкаф и выдерживают некоторое время при заданной температуре. Для медленного высушивания, а также для сохранения и охлаждения веществ, легко поглощающих влагу из воздуха, пользуются *эксикаторами* (рис. 15).



Рис. 15 Эксикатор

В нижнюю часть эксикатора помещают водопоглощающее вещество (прокаленный CaCl_2 , концентрированную H_2SO_4 и др.). Внутри эксикатора над конусообразной его частью кладут фарфоровую пластинку с отверстиями, в которые ставят тигли, чашечки, стаканчики, бюксы с веществом, подлежащим высушиванию или охлаждению. Края эксикатора и крышки пришлифованы и смазаны вазелином, чтобы они плотно прилегали друг к другу. Сосуд закрывают крышкой, надвигая ее скользящим движением на края эксикатора. Открывая эксикатор, также сдвигают крышку в сторону.

1.3.9. Прокаливание

Прокаливание применяют для обезвоживания или для разложения твердых веществ. Для этого твердое вещество помещают в фарфоровый тигель, который закрепляют в фарфоровом треугольнике (рис. 16).

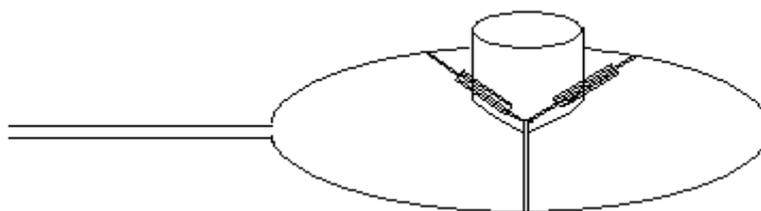


Рис. 16. Положения тигля в фарфоровом треугольнике при прокаливании

Тигель нагревают вначале слабым пламенем горелки, затем пламя постепенно усиливают. После прокаливания тигель охлаждают на треугольнике или, несколько охладив, при помощи пинцета с загнутыми краями или тигельных щипцов переносят в эксикатор. Если прокаливание проводят с целью разложения твердого вещества и получения газообразного продукта, то прокаливаемое вещество помещают в цилиндрическую пробирку, снабженную газоотводной трубкой. Конец трубки опускают в приемник для газа или поглотитель.

1.3.10. Определение плотности жидкости

Плотность жидкости можно определить при помощи **ареометров**. Для этого жидкость наливают в стеклянный цилиндр и в нее осторожно погружают ареометр так, чтобы он не касался стенки цилиндра. При этом ареометр не должен плавать на поверхности или быть полностью погруженным в жидкость. Уровень жидкости должен приходиться на шкалу ареометра (рис. 17). Если для испытания взят слишком тяжелый или слишком легкий ареометр, его осторожно вынимают, ополаскивают водой, вытирают и кладут на место в коробку с набором ареометров. Затем берут другой соответственно легче или тяжелее. Показание шкалы ареометра на уровне жидкости отвечает плотности этой жид-

кости. С помощью ареометров плотность жидкости можно определить с точностью до третьего знака после запятой.

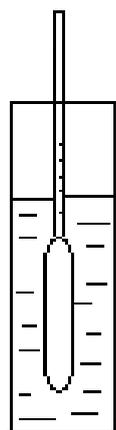


Рис. 17. Определение плотности ареометром

1.4. РАБОТА С ГАЗООБРАЗНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

1.4.1. Приборы для получения газов

Наиболее простыми приборами для получения газов являются колбочки или цилиндрические и конические пробирки. Если реакция протекает при нагревании, ее лучше вести в колбочке или цилиндрической пробирке. Если же газ выделяется без нагревания, лучше пользоваться конической пробиркой.

Исходные вещества помещают в колбочку или пробирку, которые закрывают пробкой с газоотводной трубкой. Газоотводную трубку подбирают по форме в соответствии с методом получения газа, его свойствами и условиями использования. Сосуд с исходными веществами укрепляют в лапке штатива; конец трубки выводят в газоприемник. Для получения газа в больших количествах используют *аппарат Киппа* (рис. 18).

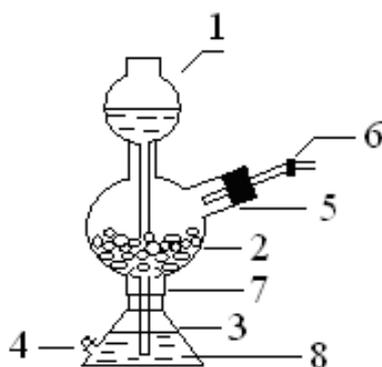


Рис. 18. Аппарат Киппа

Он состоит из двух частей: нижней, представляющей собой два соединенных между собой резервуара (2) и (3), и верхней – шарообразной воронки (1), удлиненный конец (8) которой доходит почти до дна резервуара (3). В верхней части резервуара (2) имеется тубус (5), который закрыт пробкой с газоотводной трубкой, имеющей кран (6). В нижнем резервуаре (3) также имеется тубус, который служит для выливания жидкости из прибора. Чтобы зарядить аппарат, в резервуар (2) насыпают твердое вещество через тубус (5). Размер кусочков твердого вещества должен быть таков, чтобы вещество не попадало в резервуар (3) через щель.

Для надежности в месте перетяжки (7) помещают круглую резиновую прокладку с отверстием посередине для воронки (1) и несколькими небольшими отверстиями для свободного движения жидкости. Затем тубус (5) закрывают пробкой с газоотводной трубкой. Кран (6) открывают и в прибор через воронку (1) сверху наливают кислоту в таком количестве, чтобы твердое вещество в резервуаре (2) было ею покрыто (*слишком много жидкости наливать не следует*). После того как начинается реакция между кислотой, и твердым веществом, сопровождающаяся выделением газа, кран (6) закрывают, и, если прибор герметичен, кислота вытесняется из среднего шара (2) под давлением выделяющегося в процессе газа. Как только вся жидкость будет вытеснена из шара (2) в резервуары (3) и (1), реакция прекращается и газ перестает выделяться.

Для возобновления выделения газа вновь открывают кран, жидкость при этом поднимается в средний резервуар (2), приходит в соприкосновение с твердым веществом, и аппарат снова начинает работать. По окончании работы кран снова закрывают. Аппарат периодически очищают и моют.

Газ собирают в газоприемник, которым может служить коническая или цилиндрическая пробирка. Для работы с газообразными веществами нужно иметь комплект различно изогнутых трубок диаметром 2, 3 и 4 мм (рис. 19).

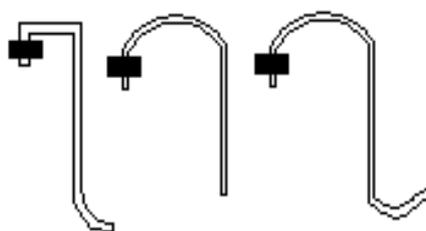


Рис. 19. Газоотводные трубки

1.4.2. Способы собирания газа

Методы собирания получаемых газов определяются свойствами этих газов. Если плотность газа приблизительно равна плотности воздуха или больше ее, газ собирают в открытую пробирку, поставленную вертикально отверстием

вверх. Если же газ легче воздуха, пробирку-газоприемник держат (или укрепляют в штативе) отверстием вниз.

Для собирания газа над водой необходима пневматическая (или гидравлическая) ванна. В качестве такой ванны можно использовать маленький кристаллизатор, фарфоровую чашку или другой подобный сосуд. Пробирку-газоприемник наполняют водой и, закрыв отверстие пальцем, опускают в ванну с водой дном вверх. Под водой пробирку осторожно открывают и ставят так, чтобы вода из нее не выливалась. Когда весь воздух из реакционного сосуда будет вытеснен выделяющимся газом, конец газоотводной трубки погружают в воду и подводят под отверстие пробирки-газоприемника. Наполнив пробирку газом, закрывают ее под водой пальцем или пробкой и вынимают из ванны.

Если газ получают при нагревании, конец газоотводной трубки сразу же после наполнения газоприемника вынимают из ванны, так как при охлаждении прибора в него может быть втянута вода.

В случае надобности получаемый газ очищают и осушают в промывных склянках с водой или растворами соответствующих поглотителей и в определенных склянках, наполненных каким-либо осушителем. Склянки эти размещают между аппаратом для получения газа и газоприемником.

2. ОБЩИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ВЫПОЛНЕНИЯ ПРАКТИЧЕСКИХ РАБОТ

Практическая работа №1 ОЧИСТКА ВЕЩЕСТВ

Теоретические сведения. Одним из наиболее распространенных методов очистки веществ от примесей является перекристаллизация, которая заключается в растворении кристаллического вещества в соответствующем растворителе с последующим выделением кристаллов этого же вещества из раствора.

Если растворимость вещества значительно уменьшается с понижением температуры (KNO_3 , $K_2Cr_2O_7$), то перекристаллизацию проводят охлаждением горячих концентрированных растворов. В случае небольшого изменения растворимости с температурой ($NaCl$) раствор сначала упаривают, а затем охлаждают. Выделяющиеся кристаллы содержат меньше примесей, чем исходные, так как при охлаждении раствор, называемый маточным, будет насыщен относительно основного вещества и ненасыщенным по отношению к примесям.

При медленном понижении температуры образуются крупные кристаллы основного вещества. Рост их сопровождается «захватыванием» маточного раствора, содержащего примеси других веществ. При быстром охлаждении получают мелкие кристаллы, почти свободные от примесей.

Очистка соли осуществляется выполнением последовательного ряда операций. Прежде всего, необходимо рассчитать массу исходного продукта для получения требуемого количества чистой соли.

Пример. Какую массу нитрата калия, массовая доля примесей в котором составляет 5 %, нужно взять для получения 25 г чистой соли, если перекристаллизация проводится при охлаждении раствора от 80 °С до 20 °С? Какой объем воды потребуется, чтобы потери соли были наименьшими? По таблице находим, что растворимость KNO_3 при 80 °С и 20 °С равна соответственно 168,8 г /100 г H_2O и 31,6 г /100 г H_2O . Следовательно, при охлаждении насыщенного раствора, содержащего 168,8 г в 100 г воды, выделится: $m(\text{KNO}_3) = 168,8 \text{ г} - 31,6 \text{ г} = 137,2 \text{ г}$.

Массу KNO_3 , необходимую для получения 25 г чистой соли, можно найти из пропорции: $137,2 \text{ г} : 25 \text{ г} = 168,8 \text{ г} : x \text{ г}$; $x = 30,76 \text{ г } \text{KNO}_3$.

Объем дистиллированной воды, в котором должна быть растворена эта навеска, чтобы образовался насыщенный раствор, находим из пропорции: $168,8 : 30,76 = 100 : y$; $y = 18,2 \text{ мл}$ воды.

Следовательно, для получения 25 г чистого KNO_3 потребуется 30,76 г соли и 18,22 мл дистиллированной воды при условии, что исходный препарат не содержит примесей. Поскольку по условию задачи в исходном препарате содержится 5 % примесей, его массу можно рассчитать из пропорции:

$30,76 : z = 95 : 100$; $z = 32,38 \text{ г}$ препарата.

Таким образом, для получения 25 г чистого KNO_3 необходимо взять 18,2 мл дистиллированной воды и 32,38 г исходного загрязненного препарата.

Приборы и реактивы. Ступка с пестиком; теххимические весы с разновесами; термометр; мерный цилиндр; стакан химический термостойкий (емкостью 100 - 200 мл); фильтровальная бумага; газовая горелка; асбестированная сетка; стеклянная воронка, воронка Бюхнера, колба Бунзена, вакуумный или водоструйный насос.

Выполнение работы. Необходимую массу исходной соли взвешивают на теххимических весах. Измельчение навески соли проводят в фарфоровой ступке. Во время измельчения вещество периодически счищают со стенок ступки и пестика шпателем, собирают к центру ступки и только потом продолжают измельчать. Ступка должна быть заполнена веществом не более чем на одну треть ее объема. Измельченную навеску соли растворяют в воде при нагревании, непрерывно перемешивая раствор. При нагревании химической посуды пользуются асбестированными сетками. Сетку кладут на кольцо штатива, на нее ставят стакан и снизу подставляют горелку. **Нагревать на открытом пламени категорически запрещено!**

От нерастворимых в воде примесей освобождаются фильтрованием. Из фильтровальной бумаги готовят складчатый или плотный фильтр. Стеклянную воронку для фильтрования укрепляют на кольце штатива. В воронке фильтр размещают таким образом, чтобы край его не доходил до края воронки на 3 - 5 мм. *Перед фильтрованием необходимо смочить фильтр растворителем. В процессе фильтрования следите за тем, чтобы осадок не занимал больше половины фильтра.*

Выпаривание проводят в случае незначительного изменения растворимости соли с температурой. В этом случае рассчитывают до какого объема необходимо упарить жидкость, чтобы получить при комнатной температуре пересыщенный раствор. Выпаривание проводят в фарфоровых чашках на водяных банях. Чашку помещают на кольцо такого диаметра, чтобы своей нижней частью она находилась на 1,5 - 2 см внутри бани. Воду в бане нагревают до кипения. *Полученный после выпаривания раствор перенесите в чистый стакан.*

При охлаждении из пересыщенного раствора выпадают кристаллы. Величина кристаллов зависит от скорости охлаждения.

Для фильтрования под вакуумом собирают установку, состоящую из фарфоровой воронки Бюхнера, колбы Бунзена, предохранительной склянки, помещаемой между колбой Бунзена и вакуумным или водоструйным насосом. В воронку укладывают 2 кружка фильтровальной бумаги, диаметр которых на 1 мм меньше внутреннего диаметра воронки. Уложенные таким образом кружки смочите дистиллированной водой. *Включите насос. Проверьте, плотно ли прилажен фильтр? Не происходит ли подсос воздуха?* После этого, не включая насоса, в воронку до половины ее высоты по палочке наливают раствор так, чтобы в стакане остались кристаллы. Сливание жидкости (фильтрата) с отстоявшегося осадка называется декантацией. Осадок с помощью стеклянного шпателя осторожно переносят на фильтр. *При фильтровании под вакуумом следите за тем, чтобы фильтрат в колбе не поднимался до уровня отстойника, соединенного с насосом.* По мере накопления фильтрата колбу осторожно отсоединяют от насоса, удаляют фильтрат и снова присоединяют. Фильтрат после перекристаллизации содержит некоторое количество соли.

Фильтрат в раковину не выливать и сдать лаборанту!

Отфильтрованное вещество просушивают на воздухе между двумя листами фильтровальной бумаги. После просушивания соли производят ее взвешивание на технoхимических весах. *Сопоставьте полученную в результате эксперимента массу соли с заданной величиной. Рассчитайте абсолютную и относительную ошибки эксперимента по формулам*

$$\Delta m(\text{соли}) = | m(\text{соли})_{\text{теор}} - m(\text{соли})_{\text{эксн}} |. \quad (2.1)$$

$$\delta m(\text{соли}) = \frac{\Delta m(\text{соли})}{m(\text{соли})_{\text{теор}}} \cdot 100 \% = \frac{| m(\text{соли})_{\text{теор}} - m(\text{соли})_{\text{эксн}} |}{m(\text{соли})_{\text{теор}}} \cdot 100 \% . \quad (2.2)$$

Практическая работа № 2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ВЕЩЕСТВ

Теоретические сведения. Плотность вещества показывает, какая масса данного вещества содержится в единице его объема:

$$\rho = m/v, \quad (2.3)$$

где ρ – плотность, m – масса, V – объем вещества. Плотность вещества выражают в г/см³ (или г/мл) и кг/м³.

В ряде случаев целесообразней пользоваться не абсолютной, а относительной плотностью, представляющей собой отношение плотности данного вещества к плотности другого вещества при определенных условиях. Относительная плотность выражается безразмерным числом. Относительную плотность жидких и твердых веществ принято определять по отношению к плотности дистиллированной воды:

$$d = \rho/\rho_e, \quad (2.4)$$

где ρ – плотность вещества, ρ_e – плотность чистой воды при 4 °С. (Поскольку $\rho_e = 1$ г/см³ (при 4 °С), то относительная плотность d совпадает численно с плотностью ρ , но не имеет размерности).

Приборы и реактивы. Аналитические весы с разновесами, пикнометры, волнометры, термометр, водяная баня, керосин, дистиллированная вода, медный купорос (порошок).

Опыт 1. Пикнометрическое определение относительной плотности

При определении относительной плотности жидкостей на аналитических весах вначале взвешивают пустой пикнометр, потом с дистиллированной водой, а затем с исследуемой жидкостью. Находят массу равных объемов, исследуемой жидкости и воды. Взяв отношение этих масс, получают значение относительной плотности. Пусть p – масса пустого пикнометра, p_1 – масса пикнометра с исследуемой жидкостью, p_2 – масса пикнометра с дистиллированной водой, тогда относительная плотность исследуемой жидкости равна:

$$d = (p_1 - p)/(p_2 - p), \quad (2.5)$$

где $(p_1 - p)$ и $(p_2 - p)$ – соответственно массы исследуемой жидкости и воды в объеме пикнометра.

Все взвешивания проводят на аналитических весах с точностью до 0,0001г. Относительную плотность определяют при некоторой известной температуре, обычно при 20 °С. При той же температуре определяют массу воды и пикнометра. Зная массу воды и найдя по таблицам ее плотность при 20 °С, можно найти емкость пикнометра при этой температуре.

Рассчитайте экспериментальное значение плотности исследуемой жидкости, сравните его с табличными данными, определите абсолютную и отно-

сительную погрешность эксперимента с использованием выражений, аналогичных формулам (2.1) и (2.2).

Опыт 2. Определение относительной плотности твердого вещества при помощи волюмометра

Волюмометрами называют пикнометры, предназначенные для определения плотности порошкообразных твердых веществ. Емкость таких пикнометров обычно равна 50 мл. Если вещество, относительную плотность которого нужно определить, растворимо в воде, то выбирают такую жидкость, в которой исследуемое вещество не растворяется. При этом жидкость должна смачивать исследуемое вещество, и ее плотность должна быть меньше плотности этого вещества. В этих целях часто применяют керосин, этиловый спирт, хлороформ и другие органические жидкости. Перед определением плотности исследуемое вещество измельчают до порошкообразного состояния и высушивают в сушильном шкафу в течение 1,5 – 2 часов при температуре 105 °С, если вещество выдерживает нагревание до этой температуры.

В предварительно тщательно промытый волюмометр, высушенный и взвешенный на аналитических весах, насыпают несколько граммов исследуемого порошкообразного вещества, взвешивают и по разности масс точно определяют навеску взятого вещества. Затем небольшими порциями в волюмометр заливают применяемую жидкость (в данном случае – керосин), каждый раз тщательно перемешивая встряхиванием. Когда прибор будет заполнен на 2/3, его помещают на 1 - 2 часа в водяную баню для удаления из порошкообразного вещества пузырьков воздуха. Время от времени содержимое волюмометра слегка взбалтывают. После того как выделение пузырьков воздуха закончится, прибор охлаждают, доливают до метки жидкостью и взвешивают. Таким образом, определяют массу волюмометра с порошкообразным веществом и жидкостью. Затем, удалив вещество и промыв волюмометр керосином, его снова заливают керосином и взвешивают. Относительную плотность по воде порошкообразного твердого тела определяют по формуле

$$d_s = \frac{P + d_k}{P + G - F} , \quad (2.6)$$

где d_k – относительная плотность керосина;

P – масса порошкообразного вещества, г;

G – масса волюмометра, заполненного жидкостью, г;

F – масса волюмометра с твердым веществом и жидкостью, г.

Правильные результаты этим методом могут быть получены только при условии, что из порошкообразного вещества будет удален весь воздух. Сравните полученные экспериментальные данные с табличными. Рассчитайте абсо-

лютную и относительную погрешности эксперимента с использованием выражений, аналогичных формулам (2.1) и (2.2).

Практическая работа № 3

УСТАНОВЛЕНИЕ ФОРМУЛЫ КРИСТАЛЛОГИДРАТА

Теоретические сведения. Кристаллогидраты при нагревании теряют кристаллизационную воду, переходя в безводную соль. Пользуясь этим, можно определить количественное содержание воды в кристаллогидрате и установить его формулу.

Приборы и реактивы. Технохимические весы с разновесами, газовая горелка, фарфоровый треугольник, эксикатор, фарфоровый тигель с крышкой, медный купорос (порошок).

Выполнение работы. Во взвешенный на технохимических весах сухой тигель (с крышкой) насыпают 1 - 2 г кристаллогидрата. Тигель с солью также взвешивают с точностью до 0,01 г, закрывают крышкой и помещают в фарфоровый треугольник (рис. 16). После нагревания на газовой горелке в течение 10 минут тигель с помощью тигельных щипцов переносят в эксикатор и охлаждают (рис. 15). Эксикатор служит для охлаждения предметов в атмосфере, лишенной влаги. После первого взвешивания прокаливание, охлаждение и последующее взвешивание повторяют. Эти операции продолжают до тех пор, пока результаты предыдущего и последующего взвешиваний не будут совпадать в пределах точности эксперимента. Если результаты взвешиваний совпадают, опыт можно считать законченным. Обратите внимание на изменение внешнего вида соли при обезвоживании. Результаты работы необходимо оформить в виде табл. 1.

Таблица 1

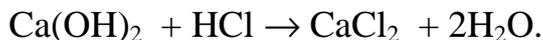
Масса тигля $m_0, г$	Масса тигля с кристаллогидратом $m_1, г$	Масса кристаллогидрата $m_2, г$	Масса тигля с кристаллогидратом после прокаливания $m_3, г$		Масса безводной соли $m_4, г$
			1 взвешивание	2 взвешивание	

На основании полученных данных рассчитайте массовую долю воды в кристаллогидрате $CO (H_2O), \%$ и формулу кристаллогидрата. Сравните результаты ваших вычислений с табличными данными. Рассчитайте абсолютную и относительную погрешности эксперимента с использованием выражений, аналогичных формулам (2.1) и (2.2).

Практическая работа № 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ ИЗВЕСТИ

Теоретические сведения. Растворимость извести характеризуется концентрацией насыщенного раствора, которую можно установить титрованием рабочим раствором кислоты в соответствии с уравнением реакции



Для определения растворимости извести необходимо иметь раствор HCl с точно известной концентрацией и насыщенный раствор Ca(OH)₂.

Раствор соляной кислоты с точно известной концентрацией может быть приготовлен:

- растворением в мерной колбе содержимого «фиксанала» (запаянной стеклянной ампулы, содержащей (как правило) точно 0,1 моль эквивалента вещества);
- из более концентрированного раствора готовят раствор приблизительной концентрации, а его точную концентрацию устанавливают титрованием.

Опыт 1. Приготовление раствора соляной кислоты

Исходные разбавленные растворы кислот готовят из концентрированных, приблизительная концентрация которых может быть установлена по их плотности с использованием табличных данных.

Получите у преподавателя вариант рабочего задания в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Варианты рабочих заданий

Вариант	1	2	3	4	5	6	7
C ₃ (HCl), моль/л	0,035	0,040	0,045	0,055	0,060	0,065	0,070

Запишите в рабочую тетрадь задание 1, подставив вместо многоточий заданную концентрацию и характеристики исходного раствора кислоты.

Приготовить ... мл раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента ... из исходного раствора кислоты, имеющего плотность ... г/см³ и массовую долю HCl ... %. Рассчитайте объём исходной кислоты.

Пример расчёта. Вычислите объём исходного раствора соляной кислоты плотностью 1,024 г/см³ с массовой долей HCl равной 5 %, который необходимо взять для приготовления 100 мл раствора HCl с молярной концентрацией эквивалента 0,0500 моль/л.

Молярная концентрация эквивалента выражает отношение количества моль эквивалентов вещества к объёму раствора, выраженному в литрах.

$$C_{\text{э}} = \frac{m}{M_{\text{э}} \cdot V}, \quad (2.7)$$

где $C_{\text{э}}$ – молярная концентрация эквивалента, моль/л;

m – масса растворённого вещества, г;

$M_{\text{э}}$ – молярная масса эквивалента растворённого вещества, г/моль;

$m/M_{\text{э}} = \nu_{\text{э}}$ – количество эквивалентов вещества, моль;

V – объём раствора, л.

В соответствии с формулой (2.7) масса растворённой кислоты составляет $m(\text{HCl}) = C_{\text{э}} \cdot M_{\text{э}} \cdot V = 0,05 \text{ моль/л} \cdot 36,5 \text{ г/моль} \cdot 0,1 \text{ л} = 0,1825 \text{ г}$.

Следовательно, 0,1825 г HCl должно содержаться в определённом объёме исходной кислоты.

Массовая доля выражает отношение массы растворённого вещества к массе раствора:

$$\omega = \frac{m}{m_1} \cdot 100\% , \quad (2.8)$$

где m – масса растворённого вещества, г;

m_1 – масса раствора, равная произведению объёма раствора на его плотность, г.

Вычислим массу раствора исходной кислоты из формулы

$$m(\text{раствора HCl}) = \frac{m(\text{HCl})}{\omega} \cdot 100\% = \frac{0,1825}{5\%} \cdot 100\% = 3,65 \text{ г}.$$

Объём исходного раствора кислоты находим по формуле

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{3,65 \text{ г}}{1,024 \text{ г/см}^3} = 3,57 \text{ см}^3 (\text{мл}),$$

где V – объём раствора, мл;

m – масса раствора, г;

ρ – плотность раствора, г/см³.

Рассчитанный объём кислоты отмерьте мерной пробиркой и вылейте в мерную колбу на 200 мл. Колбу заполните водой точно до метки и тщательно перемешайте. Полученный таким образом раствор будет иметь приблизительно заданную концентрацию.

Опыт 2. Установление точной концентрации приготовленного раствора кислоты

Приготовленным раствором HCl дважды промойте бюретку, заполните её доверху и установите уровень кислоты на нулевой отметке. Обратите внимание на то, чтобы не было пузырьков воздуха в «носике» бюретки.

Пипетку дважды промойте рабочим раствором NaOH с молярной концентрацией эквивалента 0,0500 моль/л, отберите 10 мл, перенесите в чистую колбу для титрования и добавьте 3...4 капли фенолфталеина.

Затем по каплям, постоянно перемешивая раствор NaOH, приливайте кислоту из бюретки в колбу до исчезновения розовой окраски. В этот момент среда становится нейтральной, т.к. количество кислоты эквивалентно количеству щёлочи. Сделайте отсчёт по бюретке и запишите объём HCl, пошедший на титрование.

Оттитрованный раствор вылейте, колбу промойте водой и все **операции титрования повторите** с тем же раствором кислоты. Если при повторном титровании разность в объёме кислоты, пошедшей на титрование, **не превышает 0,1 мл**, то для расчёта возьмите среднее арифметическое двух значений. При большем расхождении титрование проведите ещё раз.

Точную концентрацию кислоты (четыре знака после запятой) рассчитайте по формуле (2.9)

$$C_3(\text{HCl}) \cdot V_{cp.}(\text{HCl}) = C_3(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}), \quad (2.9)$$

где $C_3(\text{HCl})$ – молярная концентрация эквивалента раствора соляной кислоты, моль/л;

$V_{cp.}(\text{HCl})$ – средний объём раствора кислоты, пошедший на титрование, мл;

$C_3(\text{NaOH})$ – молярная концентрация эквивалента рабочего раствора щелочи, равная 0,0500 моль/л;

$V(\text{NaOH})$ – объём раствора щёлочи, взятый для титрования, 10 мл.

Опыт 3. Определение растворимости извести

Пипетку дважды промойте известковой водой (насыщенным раствором извести) отберите 10 мл, перенесите в чистую колбу для титрования, добавьте 2...3 капли фенолфталеина и оттитруйте раствором HCl.

Объём раствора кислоты, пошедший на титрование, рассчитайте как среднее арифметическое из двух опытов, отличающихся не более, чем на 0,1 мл. Молярную концентрацию эквивалента раствора извести рассчитайте по формуле

$$C_3(\text{HCl}) \cdot V_{cp.}(\text{HCl}) = C_3(\text{Ca}(\text{OH})_2) \cdot V(\text{Ca}(\text{OH})_2),$$

где C_3 (HCl) – молярная концентрация эквивалента раствора соляной кислоты, моль/л, определённая в задании 2;

$V_{cp.}(HCl)$ – средний объём раствора кислоты, пошедший на титрование, мл;

$C_3(Ca(OH)_2)$ – молярная концентрация эквивалента насыщенного раствора извести;

$V(Ca(OH)_2)$ – объём раствора извести, взятый для титрования, 10 мл.

Пересчитайте вычисленную молярную концентрацию эквивалента $Ca(OH)_2$ в его молярную концентрацию.

Молярная концентрация выражает отношение количества вещества (в молях) к объёму раствора, выраженному в литрах.

$$C_M = \frac{m}{M \cdot V}, \quad (2.10)$$

где C_M – молярная концентрация, моль/л;

m – масса растворённого вещества, г;

M – молярная масса растворённого вещества, г/моль;

$m/M = \nu$ – количество вещества, моль;

V – объём раствора, л.

Рассчитайте **титр** в г/мл и **растворимость** в г/л извести. При записи значения титра оставьте шесть знаков после запятой.

Титр выражает содержание массы растворённого вещества (г) к объёму раствора (мл):

$$T = \frac{C_3 \cdot M_3}{1000}, \quad (2.11)$$

где T – титр раствора, г/мл;

C_3 – молярная концентрация эквивалента, моль/л;

M_3 – молярная масса эквивалента растворённого вещества, г/моль;

1000 – коэффициент перевода л в мл.

Данные анализа представьте в виде табл. 3.

Таблица 3

Данные анализа для определения растворимости извести

Данные из условия			Концентрация раствора ($Ca(OH)_2$),			
$C_3(HCl)$, моль/л	$V(Ca(OH)_2)$, мл	$V_{cp.}(HCl)$, мл	C_3 , моль/л	C_M , моль/л	T , г/мл	Растворимость, г/л

Практическая работа № 5

ХИМИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЯЖУЩИХ ВЕЩЕСТВ

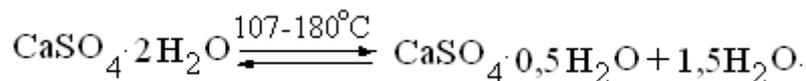
Теоретические сведения. Назначение вяжущих веществ состоит в соединении в единое целое различных частей композиционных строительных материалов.

Вяжущие вещества могут быть органическими и неорганическими.

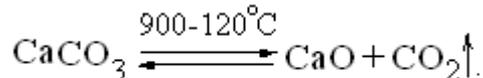
Минеральные вяжущие представляют собой порошкообразные вещества, которые после смешивания с водой образуют пластичную массу, постепенно затвердевающую и переходящую в камневидное состояние. В зависимости от условий твердения и водостойкости продуктов твердения различают воздушные и гидравлические вяжущие.

Минеральные вещества получают путем измельчения исходных материалов с последующей термической обработкой при разных температурах.

Гипсовые вяжущие получают тепловой обработкой природного двуводного гипса:



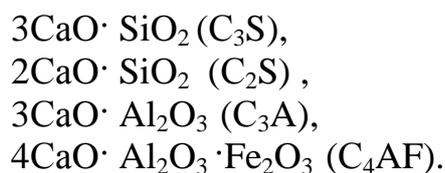
Сырьем для производства **извести** являются известняки, мел, доломит, а также карбонатные отходы различных отраслей промышленности. Известковые (и известково-магнезиальные) карбонатные материалы обжигают до возможно полного удаления углекислого газа:



При этом получают **негашеную известь CaO**. В обожженной извести наряду с CaO и MgO содержится $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$, $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ и

$2\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$, образовавшиеся из глинистых примесей исходного сырья. При содержании **глинистых примесей** в обжигаемой породе **менее 6 %** получается воздушная известь, а при большем их содержании – **гидравлическая известь**.

При обжиге до спекания сырьевой смеси, состоящей из известняка и глины (3 : 1), получается **портландцементный клинкер** состава



Твердение минеральных вяжущих веществ идет по гидратационному механизму, т.е. в результате реакции между вяжущими веществами и водой.

Опыт 1. Определение содержания карбонатов в сырьевой смеси

Газометрический метод определения CaCO_3 основан на разложении образца кислотой и измерении объема выделившегося углекислого газа. Схема установки для измерения объема углекислого газа представлена на рис. 20.

В одно колено реакционного сосуда (1) осторожно внесите заранее взвешенную пробу сырьевой смеси, в другое колено налейте 8 – 10 мл раствора HCl с $C_3 = 2$ моль/л. Соедините реакционный сосуд с помощью пробок и трубки (4) с бюреткой (2) и проверьте прибор на герметичность. Для этого опустите уравнильный сосуд (3) таким образом, чтобы уровень жидкости в нем был ниже уровня жидкости в бюретке.

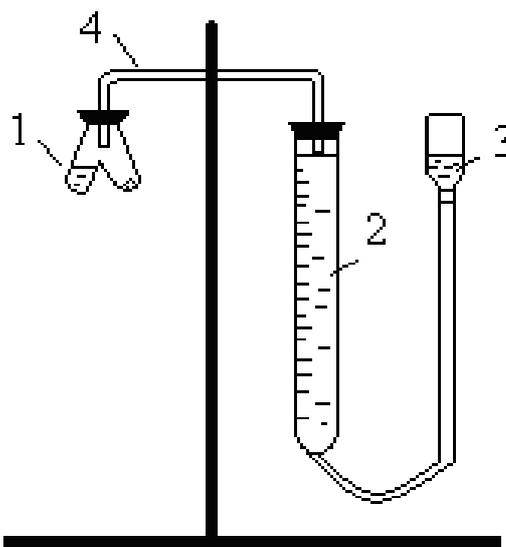


Рис. 20. Схема устройства установки для измерения объема CO_2

Если в течение 1-2 минут уровень жидкости в бюретке не изменится, прибор герметичен. Установите уравнильный сосуд таким образом, чтобы жидкость в нем была на одном уровне с жидкостью в бюретке (V_1). Затем, наклонив реакционный сосуд, вылейте кислоту из одного колена в другое, не нарушая герметичности установки. Наблюдайте выделение углекислого газа по реакции:



При этом жидкость вытесняется в уравнильный сосуд. После окончания реакции и остывания смеси уровень жидкости в бюретке не должен изменяться. Затем приведите к одному уровню жидкость в бюретке и измерительном сосуде. Отметьте уровень жидкости в бюретке (V_2) и объем выделившегося CO_2 ($V_2 - V_1$).

Результаты измерений запишите в табл. 4.

Таблица 4

Экспериментальные данные

Масса пробы сырьевой смеси m_1 , кг	Объем выделившегося CO_2 , $V_{\text{CO}_2} = V_2 - V_1$, M^3	Атмосферное давление, P , Па	Давление насыщенного водяного пара h , Па*	Давление CO_2 ($P-h$), Па

* - Давление насыщенного водяного пара при температуре опыта взять из табл. 5.

Таблица 5

Давление насыщенного водяного пара при разных условиях

t^0 , С	p , Па						
15	1704,9	19	2197,0	23	2809,0	27	3565,0
16	1817,0	20	2337,8	24	2984,0	28	3780,0
17	1937,0	21	2486,0	25	3164,2	29	4000,0
18	2064,0	22	2644,0	26	3361,0	30	4245,2

Произведите математическую обработку полученных результатов эксперимента. Рассчитайте массу выделившегося CO_2 , применив для расчета уравнение Клапейрона-Менделеева :

$$(P-h) \cdot V = 1000 \cdot \frac{m_{\text{CO}_2}}{M_{\text{CO}_2}} \cdot RT, \quad (2.12)$$

где m (CO_2) – масса выделившегося CO_2 , кг; M (CO_2) – молярная масса CO_2 , г/моль; R – универсальная газовая постоянная, равная 8,31 Дж/моль·К.

Рассчитайте массу CaCO_3 , содержащуюся в пробе сырьевой смеси, применив закон сохранения массы вещества к реакции разложения CaCO_3 соляной кислотой.

Рассчитайте массовую долю CaCO_3 в образце сырьевой смеси с массой m_1 :

$$\omega_{\text{CaCO}_3} = \frac{m_{\text{CaCO}_3}}{m_1} \cdot 100\%. \quad (2.13)$$

Результаты математической обработки занесите в табл. 6.

Массовая доля CaCO_3 в сырьевой смеси

Масса выделившегося CO_2 , $m(\text{CO}_2)$, кг	Масса CaCO_3 , содержащаяся в пробе сырьевой смеси, m_{CaCO_3} , кг	Массовая доля CaCO_3 , ω в образце сырьевой смеси с массой m_1 , %

Опыт 2. Гашение воздушной извести

Положите в сухую фарфоровую чашку 2 – 3 кусочка воздушной извести, осторожно смочите несколькими каплями воды и наблюдайте за происходящим. Почему выделяется пар? Отметьте знак теплового эффекта протекающей реакции. Как называется этот процесс? Какое техническое название имеет образовавшееся вещество?

Добавьте в чашку 5 – 6 мл воды, размешайте все стеклянной палочкой, дайте осадку отстояться. Полученный известковый раствор отфильтруйте. В пробирку с фильтратом добавьте 2 – 3 капли фенолфталеина и отметьте его окраску. О чем она свидетельствует? Затем через раствор окрашенного фильтрата пропустите углекислый газ. Наблюдайте за помутнением раствора с последующим растворением осадка. Как при этом изменяется окраска раствора?

Напишите уравнения реакций наблюдаемых вами процессов и объясните суть происходящего. Укажите значение данных процессов в химии вяжущих веществ.

Опыт 3. Схватывание и твердение строительного гипса

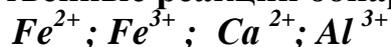
Приготовленную лаборантом навеску строительного гипса (около 2 г) поместите в фарфоровую чашку. Налейте туда столько воды, чтобы получилась тестообразная масса. Приготовленную однородную смесь перенесите в формочку, предварительно смазанную вазелином. Через 30 минут удалите затвердевшую массу из формы. Укажите механизм твердения гипса. Напишите уравнение реакции гидратации.

Опыт 4. Разложение портландцемента соляной кислотой

Приготовленную лаборантом навеску портландцемента (около 1г) поместите в фарфоровую чашку, смочите минимальным количеством воды, быстро и тщательно размешайте стеклянной палочкой. Отмерьте цилиндром 15 мл концентрированной соляной кислоты и медленно прилейте кислоту к содержимому в чашке до полного исчезновения темного цвета цемента. Вылейте в чашку 100 мл горячей воды и отфильтруйте содержимое в колбу. Фильтрат используйте для дальнейших исследований.

Напишите реакции разложения клинкерных минералов цемента соляной кислотой. Какие растворимые соединения присутствуют в получившемся фильтрате и какое соединение осталось неразложившимся на дне чашки?

Опыт 5. Качественные реакции обнаружения ионов



Возьмите четыре пробирки и внесите в каждую по 2 мл фильтрата, полученного в опыте 4.

Обнаружение ионов Fe^{2+}

В одну из пробирок добавьте красной кровяной соли $K_3[Fe(CN)_6]$. Наблюдайте синее окрашивание. Напишите уравнение реакции обнаружения Fe^{2+} .

Обнаружение ионов Fe^{3+}

Во вторую пробирку добавьте роданид калия $KCNS$. Наблюдайте кроваво-красное окрашивание. Напишите уравнение реакции обнаружения Fe^{3+} .

Обнаружение ионов Ca^{2+}

В третью пробирку добавьте оксалат аммония $(NH_4)_2C_2O_4$, предварительно нейтрализовав раствор гидроксидом аммония. Наблюдайте появление белого осадка. Напишите уравнение реакции.

Обнаружение ионов Al^{3+}

В четвертой пробирке фильтрат нейтрализуйте раствором щелочи, затем добавьте 0,2 мл аскорбиновой кислоты или Трилона Б и 1 мл алюминона. Появление красной окраски свидетельствует о наличии в растворе ионов Al^{3+} .

По катионам металлов, обнаруженных при выполнении опыта, запишите формулы оксидов, входящих в состав клинкера портландцемента. На основании выполненного эксперимента представьте основные оксиды, входящие в состав клинкера.

Опыт 6. Коррозия цементного камня в агрессивных средах

Под коррозией цементного камня понимают его разрушение в результате взаимодействия с различными реагентами.

Получите у преподавателя вариант рабочего задания в соответствии с табл. 7.

Влияние состава среды на коррозию цементного камня

№ варианта	Среда	рН водной вытяжки	Вид коррозии
1	H ₂ O		
2	HCl		
3	CH ₃ COOH		
4	H ₂ CO ₃		
5	H ₂ SO ₄		
6	NH ₄ NO ₃		
7	MgCl ₂		

В стаканчик налейте 50 мл раствора реагента, отвечающего варианту рабочего задания. Туда же внесите взвешенные на технических весах 2 г молотого цементного камня. Тщательно перемешайте суспензию стеклянной палочкой и оставьте стоять 40 минут, периодически перемешивая.

В рабочей тетради запишите реакции гидратации минералов клинкера портландцемента и минеральный состав цементного камня.

Раствор над осадком представляет собой **водную вытяжку цементного камня**. Через 40 минут измерьте рН раствора, не отделяя его от твердой фазы (за 2...3 минуты до измерения рН прекратите перемешивание). Изменился ли рН вытяжки по сравнению с рН исходного реагента (все реагенты, указанные в табл. 7, имеют рН < 7, рН воды ≈ 7).

Объясните причину изменения рН после взаимодействия цементного камня с агрессивной средой. Укажите вид коррозии. Запишите происходящие коррозионные процессы с помощью химических уравнений.

Библиографический список

1. Практикум по неорганической химии: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / В.А. Алешин, К.М. Дунаева, А.И. Жиров; под ред. Ю. Д. Третьякова. – М.: Издательский центр: «Академия», 2004. – 384 с.
2. Глинка, Н.Л. Общая химия / под ред. В.А. Попкова, А.В. Бабкова. – 16-е изд., перераб. и доп. – М.: Изд-во Юрайт, 2010. – 886 с.
3. Руководство по неорганическому синтезу / под ред. Г. Брауэра в 6 т. - М.: Изд-во Мир, 1985.
4. Практикум по неорганической химии / под ред. В.П. Зломанова. - М.: Изд-во МГУ, 1994. – 455 с.

Оглавление

Введение.....	3
1. Приборы и техника выполнения практических работ.....	3
1.1. Правила работы в лаборатории и организация рабочего места.....	3
1.2. Лабораторные приборы и посуда.....	5
1.2.1. Газовые горелки.....	5
1.2.2. Правила пользования газовой горелкой.....	6
1.2.3. Металлический штатив.....	8
1.2.4. Промывалка и ванночка.....	8
1.2.5. Штатив с набором реактивов и лабораторных принадлежностей.....	9
1.3. Техника выполнения отдельных операций.....	12
1.3.1. Взятие вещества для проведения опыта	12
1.3.2. Взвешивание.....	13
1.3.3. Правила взвешивания на технохимических весах.....	14
1.3.4. Нагревание.....	14
1.3.5. Растворение твердых веществ.....	16
1.3.6. Осаждение.....	16
1.3.7. Отделение осадка от раствора.....	17
1.3.8. Выпаривание растворов и высушивание осадков.....	17
1.3.9. Прокаливание.....	18
1.3.10. Определение плотности жидкости.....	18
1.4. Работа с газообразными веществами.....	19
1.4.1. Приборы для получения газов.....	19
1.4.2. Способы собирания газа.....	20
2. Общие экспериментальные методы выполнения лабораторных работ....	21
Практическая работа №1. Очистка веществ.....	21
Практическая работа № 2. Определение плотности веществ.....	24
Практическая работа № 3. Установление формулы кристаллогидрата.....	26
Практическая работа №4 Определение растворимости извести	27
Практическая работа № 5. Химия неорганических вяжущих веществ.....	31
Библиографический список.....	36

НАЧАЛА ХИМИЧЕСКОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

*Методические указания
к выполнению практических работ
для бакалавров, обучающихся по направлению 020900.62 (511700)
«Химия, физика и механика материалов»*

Составители: Артамонова Ольга Владимировна
Хорохордина Елена Алексеевна

Редактор: Черкасова Т.О.

Подписано в печать _____ 2012. Формат 60×84 1/16. Уч.-изд. л. 2,0.
Усл.-печ. л. 2,1. Бумага писчая. Тираж 50 экз. Заказ № _____.

Отпечатано: отдел оперативной полиграфии издательства учебной литературы и учебно-методических пособий Воронежского государственного архитектурно-строительного университета
394006 Воронеж, ул. 20-летия Октября, 84