



**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РЕСПУБЛИКИ САХА (ЯКУТИЯ)  
ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ  
ПРОФЕССИОНАЛЬНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
РЕСПУБЛИКИ САХА (ЯКУТИЯ)  
«РЕГИОНАЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ КОЛЛЕДЖ В Г. МИРНОМ»  
Филиал «Светлинский»**



**РАСМОТРЕНО И РЕКОМЕНДОВАНО  
К ИСПОЛЬЗОВАНИЮ**  
на заседании кафедры «СД»  
Протокол № \_\_\_\_\_ от  
« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2020 г.

**УТВЕРЖДАЮ:**  
Зам. директора ГАПОУ РС(Я) «МРТК»  
А.А. Мусорина  
« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2020 г.



**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**  
**для студентов**  
**по выполнению лабораторных работ**  
**по МДК 01.01. Техника подготовки химической посуды,**  
**приборов и лабораторного оборудования**  
**по профессии среднего профессионального образования**  
**18.01.02 Лаборант-эколог**

**Составитель:**  
**преподаватель общеобразовательных дисциплин**  
**Хандалова Е.Е.**

**Светлый**  
**2020 год**

## Аннотация

Методические указания содержат перечень лабораторных работ по разделам рабочей программы МДК 01.01. Техника подготовки химической посуды, приборов и лабораторного оборудования (Раздел 1. Использование лабораторной посуды различного назначения, мытье и сушка посуды в соответствии с требованиями химического анализа. Раздел 2. Выбор приборов и оборудования для проведения анализов. Раздел 3. Подготовка для анализа приборов и оборудования), поясняют их содержание и последовательность выполнения работ.

Основной целью практических (или лабораторных) занятий является закрепление теоретических знаний и приобретение практических навыков по изученным разделам рабочей программы учебной дисциплины.

Данное методическое издание рекомендуется обучающимся по профессии СПО 18.01.02 Лаборант-эколог.

## Содержание

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА		4
1	Лабораторная работа №1 Приготовление моющих растворов	6
2	Очистка лабораторной посуды №2. Применение различных видов сушки лабораторной посуды.	9
3	Использование нагревательных приборов в аналитических операциях №3.	11
4	Работа на технических и аналитических весах №4.	18
5	Сборка оборудования для работы с вакуумом №5. Правила сборки наладки лабораторных установок и приборов №6.	23
6	Подготовка оборудования для титрования № 7.	30
7	Подготовка оборудования для фильтрования и промывания осадка №8	35
8	Подготовка оборудования для дистилляции №9	40
9	Техника подготовки приборов для возгонки № 10	44
10	Техника подготовки приборов для выпаривания №1 1	49
11	Техника подготовки приборов для проведения кристаллизации № 12	54
12	Техника подготовки приборов для проведения экстракции №13	59
14	Заключение	63
15	Список литературы	64

## ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Методические указания содержат перечень лабораторных работ по разделам рабочей программы МДК 01.01. Техника подготовки химической посуды, приборов и лабораторного оборудования (Раздел 1. Использование лабораторной посуды различного назначения, мытье и сушка посуды в соответствии с требованиями химического анализа. Раздел 2. Выбор приборов и оборудования для проведения анализов. Раздел 3. Подготовка для анализа приборов и оборудования) поясняют их содержание и последовательность выполнения работ.

Методические указания по выполнению работ на лабораторных занятиях составлены в соответствии с рабочей программой профессионального модуля ПМ.01 «Подготовка химической посуды, приборов и лабораторного оборудования» в части содержания междисциплинарного курса МДК 01.01. Техника подготовки химической посуды, приборов и лабораторного оборудования и предназначены для приобретения студентами следующих умений:

- готовить растворы для химической очистки посуды;
- мыть химическую посуду;
- обращаться с лабораторной химической посудой;
- подготавливать лабораторное оборудование к проведению анализов;
- пользоваться лабораторными приборами и оборудованием;
- вести учет проб и реактивов;
- обращаться с химическими реактивами.

Результатом освоения программы дисциплины МДК 01.01. Техника подготовки химической посуды, приборов и лабораторного оборудования профессионального модуля ПМ.01 «Подготовка химической посуды, приборов и лабораторного оборудования» деятельность является овладение обучающимися ВПД: Подготовка химической посуды, приборов и лабораторного оборудования, в том числе профессиональными (ПК) и общими (ОК) компетенциями:

Код	Наименование результата обучения
ПК 1.1	Пользоваться лабораторной посудой различного назначения, мыть и сушить посуду в соответствии с требованиями химического анализа.
ПК 1.2	Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.
ПК 1.3	Подготавливать для анализа приборы и оборудование.
ОК 1	Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес
ОК 2	Организовывать собственную деятельность, исходя из цели и способов ее достижения, определенных руководителем
ОК 3	Анализировать рабочую ситуацию, осуществлять текущий и итоговый контроль, оценку и коррекцию собственной деятельности, нести ответственность за результаты своей работы.
ОК 5	Использовать информационно-коммуникационные технологии в профессиональной деятельности
ОК 6	Работать в команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, клиентами

Лабораторная работа – одна из форм учебного занятия, направленная на развитие самостоятельности студентов, приобретение умений и формирования общих и профессиональных компетенций. Выполнение лабораторных работ способствует более глубокому пониманию, усвоению и закреплению материала междисциплинарного курса профессионального модуля, развитию художественного мышления и творческого замысла.

Методические указания содержат перечень лабораторных работ. Каждая лабораторная работа включает в себя перечень материально-технической базы, последовательность выполнения работы, рекомендуемое время исполнения, иллюстративный материал по теме, а также ссылки на информационные источники, рекомендуемые для использования в работе.

В методических указаниях представлены критерии оценок уровня усвоения практического материала.

## Лабораторная работа №1

*Тема:* Приготовление моющих растворов.

*Цель:* Научиться готовить моющие растворы, продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.1 Пользоваться лабораторной посудой различного назначения, мыть и

сушить посуду в соответствии с требованиями химического анализа.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

- Приобрести практические навыки приготовления моющих растворов для химической посуды.
- Закрепить умения, подтверждающие теоретические знания.

*Код результата обучения:* ПК 1.1, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

1. Методические рекомендации по теме;
2. Серная кислота, бихромат калия, дистиллированная вода, соляная кислота, перекись водорода;
3. Посуда химическая общего назначения.

*Информационные источники: О. № 3.*

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия.*

Существуют механические, физические и химические методы очистки и мытья посуды. При использовании механических и физических методов загрязнения удаляются соответственно механическим воздействием (ершами, щетками) или воздействием особых физических условий (высокой температуры, ультразвука), с учетом свойств загрязняющих веществ.

Химические методы основаны на способности определенных веществ вступать в реакции с загрязнениями, тем самым разрушая и облегчая их удаление при дальнейшем мытье с водой. Одним из лучших моющих реагентов является хромовая смесь, представляющая собой раствор дихромата калия  $K_2Cr_2O_7$  в концентрированной серной кислоте  $H_2SO_4$ . Хромовая смесь является средством многократного использования и считается непригодной, если она изменила свой цвет с оранжево-красного на зеленый вследствие восстановления Cr (VI) до Cr (III). Хромовую смесь хранят в стеклянной банке с притертой стеклянной пробкой. Работают с хромовой смесью и хранят ее в вытяжном шкафу. При мытье посуды хромовой смесью ее наливают в сосуд до  $\frac{1}{3}$  –  $\frac{1}{4}$  его объема и оставляют на некоторое время.

По окончании обработки хромовую смесь сливают обратно в склянку, в которой она хранится. Очищаемый сосуд несколько раз промывают водопроводной водой, а затем ополаскивают 2–3 раза дистиллированной водой.

Хромовую смесь никогда не выливают в раковину!

Обращение с хромовой смесью требует особой осторожности. Для очистки и мытья посуды применяют также следующие средства:

- сода – карбонат натрия ( $Na_2CO_3$ ), растворы различной концентрации;
- фосфат натрия ( $Na_3PO_4$ ), обычно 10%-й раствор;
- перманганат калия ( $KMnO_4$ ), 5%-й раствор с добавлением кислоты ( $H_2SO_4$ ) или щелочи ( $NaOH$ );

- растворы мыла или других поверхностно-активных веществ (ПАВ).

Если для мытья применялись щелочные растворы, то после промывания водой посуду следует ополоснуть 3–5%-ным раствором соляной кислоты HCl.

Обработанную химическими средствами посуду необходимо тщательно промыть водопроводной водой и 2–3 раза ополоснуть дистиллированной водой!

Качество мытья проверяют, как описано выше.

*Ход выполнения работы:*

1. Приготовить смесь Комаровского, состоящая из равных объемов 6 н. раствора HCl и 5--6%-ного раствора перекиси водорода. Эта смесь действует очень энергично, особенно при небольшом подогревании, при этом она не влияет на стекло, чего нельзя сказать о хромовой смеси или подкисленном растворе марганцовокислого калия. Вместо соляной кислоты можно пользоваться и уксусной. Для мытья смесь наливают в слегка подогретую посуду (мерную посуду нагревать нельзя) или же подогревают смесь до 30--40° С. Обмывают стенки посуды смесью, затем выливают ее в ту же посуду, в которой она хранилась, для повторного использования. После этого посуду моют водой, как обычно.

2. Приготовить перманганат калия (KMnO<sub>4</sub>), 5%-й раствор.

### **Содержание отчета**

- 1) тема и цель работы
- 2) задание, оснащение
- 3) заполненная таблица

Название операции	Ход операции	Вывод, ошибки

5) ответы на контрольные вопросы

6) выводы

### **Контрольные вопросы**



- 1) Виды мытья химической посуды
- 2) Какие растворы применяются для химического метода мытья посуды
- 3) Как приготовить хромовую смесь.

### **Лабораторная работа №2**

*Тема:* Очистка лабораторной посуды. Применение различных видов очистки и сушки лабораторной посуды.

*Цель:* Освоить различные методы мытья и сушки химической посуды, продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.1 Пользоваться лабораторной посудой различного назначения, мыть и

сушить посуду в соответствии с требованиями химического анализа.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

-Приобрести практические навыки мытья и сушки химической посуды.

-Закрепить умения, подтверждающие теоретические знания.

*Код результата обучения:* ПК 1.1, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

1. Методические рекомендации по теме;

2. Серная кислота, бихромат калия, дистиллированная вода, соляная кислота, перекись водорода, ПАВ.
3. Посуда химическая общего назначения.

*Информационные источники: О. № 3.*

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия.*

Перед выполнением химического анализа лабораторная посуда должна быть тщательно вымыта. Стеклопосуда считается чистой, если на ней нет видимых на глаз загрязнений и при стекании воды по внешней поверхности посуды на ее внутренней поверхности не просматриваются отдельные капли.

Мытье химической посуды должно приводить к удалению загрязнений и обезжириванию ее внутренней поверхности. Мытье водой эффективно лишь в отношении загрязняющих веществ, способных растворяться в ней (причем горячая вода обычно лучше отмывает, чем холодная).

Существуют механические, физические и химические методы очистки и мытья посуды. При использовании механических и физических методов загрязнения удаляются соответственно механическим воздействием (ершами, щетками) или воздействием особых физических условий (высокой температуры, ультразвука), с учетом свойств загрязняющих веществ.

*Ход выполнения работы:*

1. Помыть бюретку смешанным методом.

Процесс мытья бюретки очень кропотливый и трудоемкий. Сначала бюретку, если это необходимо, тщательно протирают ершом, на ручку которого надета резиновая трубка, чтобы не царапать стекло бюретки. Затем вынимают кран, стирают с него и с муфты крана вазелин или другую смазку, которыми всегда смазывают кран. Хорошо очищенный кран вставляют в муфту и прикрепляют резиновым кольцом, чтобы во время мытья он не выпал и не разбился. После этого бюретку, в зависимости от загрязнения, моют кислотой, растворами щелочей, насыщенным раствором марганцевокислого калия, подкисленным серной кислотой или хромовой

смесью. Эту операцию повторяют по несколько раз, сливая и вновь наливая в бюретку моющий раствор. В отдельных случаях можно влить раствор в бюретку, закрепленную в штативе, подставив под бюретку стакан на тот случай, если кран начнет протекать. Затем бюретку промывают водопроводной водой и ополаскивают несколько раз дистиллированной водой, прочищают кран и муфту фильтровальной бумагой, смазывают их тонким слоем вазелина или другой смазкой и вставляют кран в муфту. В хорошо вымытой бюретке мениск всегда имеет правильную вогнутую поверхность и на стенках не образуются капли.

2. Провести сушку химической посуды горячим и холодным способом.

### **Контрольные вопросы**

- 1) Виды сушки химической посуды.
- 2) Техника безопасности при работе с кислотами и щелочами.
- 3) В каких случаях моют посуду физическим методом, химическим и механическим.

### **Лабораторная работа № 3**

*Тема:* Использование нагревательных приборов в аналитических операциях

*Цель:* Освоить виды лабораторных нагревательных приборов, продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.2 Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.

ПК 1.3 Подготавливать для анализа приборы и оборудование.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

- познакомиться с лабораторными нагревательными приборами.
- Закрепить умения, подтверждающие теоретические знания.

*Код результата обучения:* ПК 1.2, ПК 1.3, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

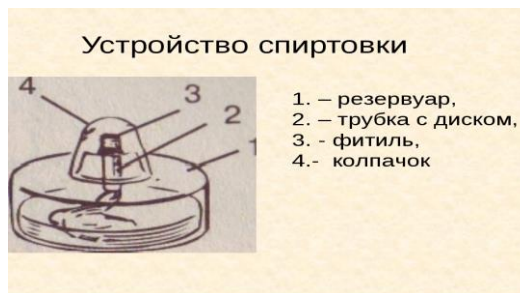
1. методические рекомендации по теме;
2. горелки (спиртовые, газовые Теклю и Бунзена);
3. бани (песчаные, масляные, водяные);
4. колбонагреватель;
5. пробирконагреватель;
6. электрическая плитка с закрытой спиралью;
7. сушильный шкаф;
8. муфельная печь.

*Информационные источники:* О. № 3.

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия.*

В лаборатории применяют различные нагревательные приборы: спиртовые и газовые горелки, электрические плитки, бани, муфельные печи и т. п.

**Спиртовые горелки** обычно бывают стеклянные с притертым колпачком В них наливают денатурированный спирт и снабжают фитилем из некрученых ниток. Спиртовые горелки дают не очень горячее пламя. После окончания работы горелку закрывают колпачком, чтобы спирт не испарялся.



**Газовые горелки.** Наиболее часто применяют газовые горелки Бунзена и Теклю.

Для того чтобы ознакомиться с устройством *горелки Бунзена*, нужно отвинтить трубку **1**, тогда обнаружится отверстие **2**, через которое вытекает газ. Воздух в горелку поступает через отверстия в трубке и обойме **3**. Поворачивая обойму, можно отверстие для воздуха либо закрыть, либо открыть в большей или меньшей степени, регулируя тем самым доступ воздуха.



1 - инжектор

2 - втулка

3 - стабилизатор пламени

4 - отверстия

**Горелка Теклю** с регулировочным диском — более совершенный прибор, так как в ней можно точнее регулировать не только доступ воздуха, но и приток газа.

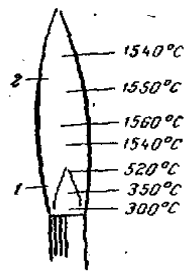


Рис. 199. Строение газового пламени: 1 – зона восстановления; 2 – зона окисления.

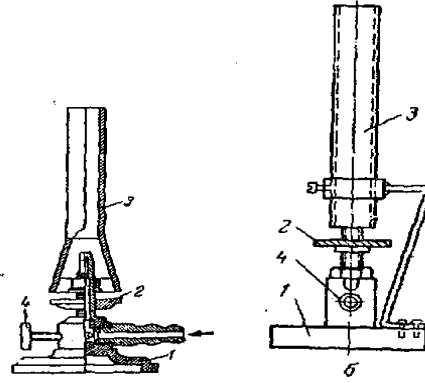


Рис. 200. Горелка Теклю (разрез): а – обычная; б – усовершенствованная; 1 – подставка; 2 – диск, регулирующий подачу воздуха; 3 – трубка; 4 – винт, регулирующий подачу газа.

Приток газа регулируют при помощи винта 4. Воздух в верхнюю трубку 3 поступает через щель между конусообразно расширенным основанием трубки и диском 2, насаженным на винтовую нарезку. Поворачивая диск, можно изменять ширину щели и тем регулировать приток воздуха в горелку. Наибольшее количество теплоты выделяется при полном сгорании газа, когда образуется несветящееся пламя. При недостатке воздуха светильный газ сгорает не полностью, при этом выделяется углерод, раскаленные частички которого и обуславливают свечение пламени. При прекращении доступа воздуха в горелку пламя становится коптящим.

В несветящемся пламени можно различить три зоны конуса: внутреннюю а, где происходит смешивание воздуха с газом и где нет горения; среднюю б, где сгорание газа происходит не полностью (вследствие наличия продуктов распада составных частей природного газа эта часть пламени имеет восстановительный характер); внешнюю в, где происходит полное сгорание газа (эта часть пламени обладает окислительными свойствами вследствие некоторого избытка кислорода воздуха). Приблизительные температуры в различных местах газового пламени указаны на рис 199.

Зажигать газовую горелку нужно только через 1 - 2 с после пуска газа и при небольшом доступе воздуха. Затем следует отрегулировать доступ воздуха так, чтобы пламя стало несветящимся. Если пускать газ в горелку при полном доступе воздуха и зажженную спичку поднести к горелке одновременно с пуском газа, то иногда наблюдается так называемый проскок пламени: газ воспламеняется непосредственно у отверстия 2 (рис. 3, а), тогда

как нормально он должен гореть при выходе из верхнего конца трубки 1, а не внутри ее.

Проскок пламени может получиться и в процессе работы. Обычно при проскоке слышится характерный хлопок, пламя делается узким, трубка горелки сильно нагревается и появляется неприятный запах продуктов неполного сгорания светильного газа. «Проскочившее» пламя нужно тотчас же погасить, повернув газовый кран, и вновь зажечь при закрытом поддувале через 1-2 с после пуска газа. Если проскок обнаружен не сразу и трубка горелки успела сильно нагреться, надо подождать, пока она охладится, и лишь затем вновь зажечь газ.

Для получения широкого и плоского пламени на газовую горелку надевают специальную насадку «ласточкин хвост».

В лабораторной практике иногда требуется более высокая температура, чем та, которую дают спиртовые или газовые горелки. В этом случае пользуются паяльными горелками. Паяльная горелка отличается от обычной газовой тем, что в нижней ее части имеются две трубки с кранами, по одной из которых подводится воздух, по другой подводится газ. При зажигании горелки открывают газовый кран трубки и поджигают газ, затем постепенно подают воздух. Путем регулировки поступления газа и воздуха получают пламя требуемой величины и температуры.

*Необходимо помнить, что природный газ ядовит — нельзя допускать утечки газа!*

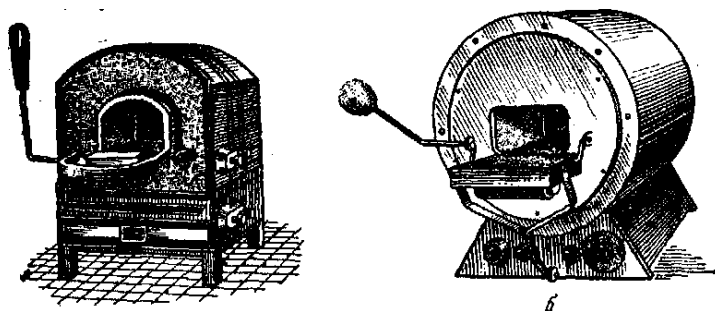
Газовые краны должны быть плотно закрыты, когда не пользуются горелкой. Некоторые компоненты природного газа имеют запах, поэтому утечку газа можно обнаружить и принять соответствующие меры.

**Бани.** Для продолжительного нагревания в пределах температур 100-300 °С применяют бани: водяную, песчаную и др. Водяная баня представляет собой металлический сосуд, который закрывают несколькими концентрическими плоскими кольцами различного диаметра, налагающимися одно на другое. При пользовании баней ее заполняют водой на 2/3 объема, ставят на треножник и нагревают воду до кипения. При этом

надо следить, чтобы вода полностью не выкипала. Для получения более высоких температур в сосуд заливают вместо воды масло или концентрированный раствор какой-нибудь соли (хлорида натрия, хлорида кальция и др.). Песчаная баня, также часто применяющаяся в лаборатории для медленного и постепенного нагревания, представляет собой металлическую чашу или сковородку, заполненную сухим чистым песком, прокаленным для удаления из него органических примесей. Нагревание песчаной бани проводят так же, как и водяной, пламенем газовой горелки. Используются также водяные и песчаные бани с электрообогревом.



**Печи.** Для получения температуры 600-1000°C применяется электрическая печь — муфельная. Муфельная печь состоит из четырехугольного каркаса, открытого с одной стороны, изготовленного из огнеупорной глины или другого огнеупорного материала. Каркас снаружи обмотан проволокой с высоким сопротивлением для нагревания и изолирован асбестом. Каркас заключен в металлическую оболочку с дверкой также из огнеупорного материала. С помощью особого регулировочного устройства печь может нагреваться в определенных интервалах температур. Подключают муфельную печь в осветительную сеть. Перед этим следует проверить, соответствует ли напряжение сети напряжению, указанному на подводящих клеммах печи.





**Электрические плитки.** В лабораториях, в которых нет газа, или в тех случаях, когда требуется нагревание, а пользоваться горелками нельзя (например, при перегонке воспламеняющихся легколетучих жидкостей) применяют электрические плитки. Электроплитки бывают различного размера, с открытой или закрытой спиралью. Плитки с закрытой спиралью удобны и безопасны при работе с легковоспламеняющимися и летучими веществами. Они имеют поверх спирали пластинку — металлическую, асбестовую или талько-шамотную. Последние две устойчивее к действию химических реагентов



Для нагревания круглодонной стеклянной посуды применяют **колбонагреватели**. Они выше обычных плиток и имеют конусообразное углубление. Нагревательная спираль у колбонагревателей расположена по конусу керамики и почти полностью углублена в нее.

Для регулирования температуры в электронагревательных приборах их можно включать через реостат.



*Ход работы:* предложенный набор лабораторных нагревательных приборов изучить и определить назначение в лабораторной практике.

Контрольные вопросы:

1. Перечислите основные требования к технике безопасности при работе с нагревательными приборами.
2. На какие группы можно разделить нагревательные приборы, используемые в лаборатории?

3. Опишите устройство газовых горелок Бунзена и Теклю. С чем их сходство и различие?
4. Какие зоны различают в несветящемся пламени? Укажите, какие процессы протекают в этих зонах?
5. Сформулируйте правила включения газовых горелок.
6. Что такое проскок пламени? Какова его причина? Что необходимо предпринять в этом случае?
7. В химической лаборатории часто требуется использовать продолжительное нагревание. Какие приборы используются при этом?
8. Укажите основное назначение сушильного шкафа и муфельной печи.
9. Какая операция называется прокаливанием? С какой целью ее проводят в химической лаборатории?
10. Почему операции высушивания и прокалывания веществ проводят при определенной температуре и отклонения от заданных значений температуры не допускаются?

#### **Лабораторная работа № 4**

*Тема:* Работа на технических и аналитических весах.

*Цель:* Научиться работать на технических и аналитических весах, сформировать профессиональные и общие компетенции:

ПК 1.2 Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.

ПК 1.3 Подготавливать для анализа приборы и оборудование.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

- Овладеть техникой взвешивания на весах.
- Закрепить умения, подтверждающие теоретические знания.

*Код результата обучения:* ПК 1.2, ПК 1.3, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

1. Методические рекомендации по теме;
2. Весы технические, аналитические;
3. Стаканчики, бюксы.

*Информационные источники:* О. № 3. Д.№2

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия.*

Лабораторные весы различаются по назначению, конструкции, диапазону взвешивания и по другим характеристикам.

Лабораторные весы характеризуются рядом параметров. Главные из них следующие.

1. Предельно допустимая нагрузка, в диапазоне которой погрешность показаний находится в установленных пределах. Нельзя выходить за пределы предельно допустимой нагрузки, на которую рассчитана данная модель весов. Слишком большая нагрузка может вызвать остаточные деформации в коромысле, что приведет к порче весов.
2. Допустимая погрешность показаний - предельная разность между действительным значением массы взвешиваемого груза и показаниями весов. Значение погрешности характеризует правильность результатов взвешивания в стандартных условиях и не может быть меньше не исключенных погрешностей гирь, применяемых при взвешивании и аттестации весов.
3. Допустимая вариация (непостоянство) – показаний - предельно допустимая разность показаний весов при неоднократном взвешивании одного и того же груза в стандартных условиях с применением одних и тех

же гирь. Значение вариации характеризует воспроизводимость результата взвешивания и, в значительной степени, точность взвешивания.

4. Чувствительность - предельное отношение приращения отклонения указателя весов к приращению измеряемой величины. Чувствительность определяется числом делений шкалы, на которое отклоняется стрелка весов, когда на одну из чашек весов помещен груз массой 1 мг. Выражают чувствительность в делениях шкалы на миллиграмм или обратной величиной.

С увеличением нагрузки на чашки чувствительность весов уменьшается, т. е. чем больше масса взвешиваемого объекта, тем слабее весы реагируют на изменение массы.

5. Быстродействие - возможная производительность работы на весах, т. е. возможное число взвешиваний в единицу времени.

#### Установка аналитических весов

Установка аналитических весов начинается с выбора помещения и организации рабочего места химика. Помещение для установки весов 1 и 2 классов должно состоять из весовой комнаты и препаратной. Одно из условий, предъявляемых к весовой комнате, - полная изолированность ее от смежных лабораторных помещений.

Для весовой комнаты выбирают светлое сухое помещение. Желательно, чтобы оно было расположено на первом этаже, окнами на северную сторону. В весовой комнате должна поддерживаться постоянная температура - около 20°C. Весы нужно предохранять от воздействия тепловых и воздушных потоков, а также от сырости, пыли, вредных газов и сотрясений. Чтобы уменьшить влияние воздушных и тепловых потоков, рекомендуется закрыть плотными шторами окна и двери. Окна должны быть снабжены двойными рамами и плотно замазаны; окна и форточки открывать нельзя. Проветривать весовое помещение рекомендуется вентилятором, и лишь тогда, когда не ведется взвешивание. Пол рекомендуется покрыть линолеумом, который легко очищается от пыли и является плохим проводником тепла.

Весы следует устанавливать в горизонтальном положении на особо прочных постаментах, предохраняющих весы от всяких сотрясений. Не рекомендуется переносить весы с места на место.

Аналитические весы с предельной нагрузкой 100 г и больше рекомендуют устанавливать на консольный стол, состоящий из бетонной плиты, свободно лежащей на амортизирующих резиновых или пенопластовых прокладках в обвязке стола, покоящейся на двух металлических кронштейнах, прикрепленных к капитальной стене.

Лампы в весовой комнате должны достаточно освещать шкалу весов и, вместе с тем, не нагревать коромысла. Лучше всего устанавливать лампы дневного света.

Необходимо тщательно следить за чистотой весовой комнаты. По окончании взвешивания весы рекомендуется покрывать чехлами.

На консольный стол или полку на кронштейнах, где установлены весы, нельзя ничего ставить. Слева от стола (полки) целесообразно иметь передвижной столик для эксикатора со взвешиваемым веществом и для производства записей.

#### Правила пользования аналитическими весами

Работа с аналитическими весами требует соблюдения следующих принципов: 1. Открывание защитного кожуха сложной конструкции должно быть наименьшим.

2. Не рекомендуется переносить весы. После перемещения выдержать весы перед включением в электрическую сеть минимум 2 часа и дать им возможность выстояться минимум 12 часов.

3. За 20-30 минут перед началом измерений чуть открыть дверку кожуха, чтобы температура внутри весов выровнялась с окружающей средой. Контейнеры, в которых взвешивают, должны быть как можно меньшими по размерам.

4. Не использовать стеклянные и пластмассовые контейнеры при влажности воздуха меньше 30%. Это позволит исключить электростатический разряд.

5. Температура помещения, контейнера и образца должна быть одинаковой, чтобы не возникали воздушные потоки и влага на сосуде и на образце.

6. Высыхание образца или поглощение им влаги приводит к колебаниям его веса. Поэтому сосуды с образцами обязательно накрывать пробками, крышками.

7. Желательно использовать сосуды с узкой горловиной.

8. Нельзя помещать на весы образцы предельной нормы и тяжелее.

9. До взвешивания и после него показатели весов должны равняться нулю.

10. Помещать взвешиваемый предмет на середину чашек весов.

11. Избегать толчков, ударов по весам.

12. Ежегодно поверять аналитические весы.

13. Защищать весы специальными чехлами.

14. Порошковые вещества помещать в стаканчики для взвешивания (бюксы).

15. Применять салфетки, пинцеты, щипчики, не загрязнять весы пылью или жиром.

16. Работать только в перчатках.

Ошибки взвешивания и их устранение:

Ошибки при точном взвешивании могут происходить от различных причин: от взвешивания в воздухе, а не в пустоте; от изменения массы тел в процессе взвешивания вследствие колебаний температуры, влажности и давления воздуха; от инструментальных погрешностей.

Ошибки, вызванные взвешиванием в воздухе, вытекают из общеизвестного физического закона, что каждое тело, погруженное в жидкость (газ), теряет в своем весе столько, сколько весит вытесненная им жидкость (газ). Все тела, следовательно, в воздухе весят меньше, чем в пустоте. Обычное взвешивание в воздухе приводило бы к правильному результату, если бы гири теряли в своей массе столько же, сколько теряет взвешиваемое тело. Однако аналитический разновес обычно изготавливают из

нержавеющей стали ( $\rho = 8,0 \text{ г/см}^3$ ) или из латуни ( $\rho = 8,4 \text{ г/см}^3$ ), а миллиграммовые разновески - из алюминия ( $\rho = 2,7 \text{ г/см}^3$ ). Если плотность взвешиваемого тела меньше плотности гирь, то тело вытесняет больше воздуха, чем гири и, следовательно, в воздухе оно весит меньше, чем в пустоте. Величина ошибки обычно не превышает 0,04-0,05%.

Ошибки, вызванные изменением массы тел в процессе взвешивания, могут происходить вследствие поглощения или потери влаги, испарения летучих веществ, изменения температуры, невнимательности и неаккуратности экспериментатора. Эти ошибки могут быть устранены взвешиванием веществ по разности в герметически закрываемой стеклянной посуде малого объема. При взвешивании по разности положение нулевой точки можно не учитывать.

Погрешности массы гирь зависят от степени точности подгонки их массы к номинальному значению, погрешности аттестации и от необратимых изменений массы в межпроверочном периоде, в основном из-за коррозии.

*Ход выполнения работы:*

1. Взять навеску NaCl в количестве 5.5 г с погрешностью взвешивания 0,0001г.

2. Взять навеску глицерина в количестве 7 г. с погрешностью взвешивания 0,01г.

### **Контрольные вопросы**

- 1) Виды весов.
- 2) Техника работы на аналитических весах.
- 3) Ошибки взвешивания и их устранения.

### **Лабораторная работа № 5-6**

*Тема:* Сборка оборудования для работы с вакуумом. Правила сборки и наладки лабораторных установок и приборов.

*Цель:* Познакомиться с оборудованием и правилами работы с вакуумом, продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.2Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.

ПК 1.3Подготавливать для анализа приборы и оборудование.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

-научиться фильтровать под вакуумом;

-закрепить умения, подтверждающие теоретические знания.

*Код результата обучения:* ПК 1.2, ПК 1.3, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

1. методические рекомендации по теме;
2. колба Бунзена;
3. воронка Бюхнера;
4. вакуумный насос;
5. фильтр.

*Информационные источники:* О. № 3. Д.№2

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия:*

Вакуум - состояние газа (пара) при давлениях ниже атмосферного. Понятие «вакуум» применяется только для газа (пара), заключенного в объем, ограниченный стенками сосуда.

Весь диапазон от атмосферного до наименьшего достигаемого давления делится на области низкого - до 665 Па (5 мм рт. ст.), среднего - до 0,133 Па



(10 в минус 3 мм рт. ст.), высокого - до  $1,33 \cdot 10$  в минус 5 Па (10 в минус 7 мм рт. ст.) и сверхвысокого - до  $1,33 \cdot 10$  в минус 10 Па (10 в минус 12 мм рт. ст.) вакуума.

Вакуум создают при помощи различных типов насосов. Характерные параметры вакуумного насоса: предельное (минимальное) давление, создаваемое насосом; производительность насоса - количество газа, удаляемого в единицу времени; скорость откачки - отношение производительности к давлению, измеренному во впускном сечении насоса.

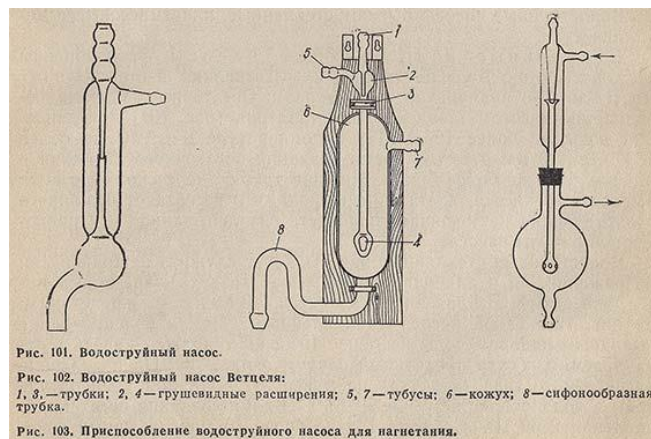
#### **Правила работы:**

- Работы под вакуумом должны выполняться в вытяжном шкафу на противнях;
- По месту работ следует устанавливать прозрачные предохранительные экраны.
- Работающие должны пользоваться защитными очками и перчатками.
- Стекланные и кварцевые сосуды, предназначенные для работы под вакуумом, должны быть предварительно испытаны на максимальное разрежение; при этом испытываемый сосуд следует обернуть полотенцем или надеть на него металлическую сетку.

#### **Запрещается:**

- а) создавать вакуум в перегонной колбе, наполненной горячей жидкостью. После окончания вакуумной перегонки необходимо охладить перегонную колбу, а затем наполнить прибор воздухом (инертным газом) и после этого разобрать его;
- б) допускать работу механического насоса без заземления электродвигателя и ограждения приводных ремней;
- в) устранять дефекты и чистить наружные поверхности во время работы механического насоса.

Для получения разрежения, не превышающего 665-1330 Па (5-10 мм рт. ст.), обычно применяют водоструйные насосы различных конструкций, действующие по принципу инжектора.



Основной элемент конструкции водоструйного насоса - сопло, из которого с большой скоростью вытекает струя воды. В пространстве, окружающем сопло, создается разрежение, и окружающий воздух увлекается в направлении течения струи.

Стеклянные водоструйные насосы разнообразны по конструкции. Большинство их изготовляют в стеклодувных мастерских по индивидуальным заказам. Остаточное давление, создаваемое насосом заводского изготовления (рис. 101) при давлении воды не более 196,2 кПа и температуре  $8 \pm 1$  °С не более 1330 Па (10 мм рт. ст.); время создания остаточного давления в объеме 1 л не более 6 мин. Нижняя трубка, через которую вода вытекает из насоса, достаточно широка, что не создает излишнего сопротивления и уменьшает опасность «захлебывания» и неравномерной работы насоса.

Для нормальной работы водоструйных насосов очень важно, чтобы напор воды, вытекающей из водопроводной сети, был постоянным. Производительность насоса зависит не только от температуры, но и от скорости истечения воды. Расход воды обычно достигает 180-200 л/ч. Скорость откачивания нельзя существенно повысить, увеличивая приток воды, тем не менее водоструйные насосы не следует присоединять к кранам водопроводной сети с диаметром меньше чем 10 мм.

Насосы прикрепляют к водопроводному крану через разборный ниппель или к крану со съемным ниппелем с помощью короткой толстостенной резиновой трубки, которую в двух-трех местах укрепляют

жестяными кольцами или мягкой проволокой (железной, медной). Резиновую трубку рекомендуется обмотать несколькими рядами изоляционной ленты.

На боковой отросток насоса надевают вакуумную резиновую трубку, с помощью которой присоединяют предохранительную трехгорлую склянку, снабженную краном для впуска воздуха, коротким манометром и патрубком, соединенным с вакуумируемым сосудом (рис. 104).

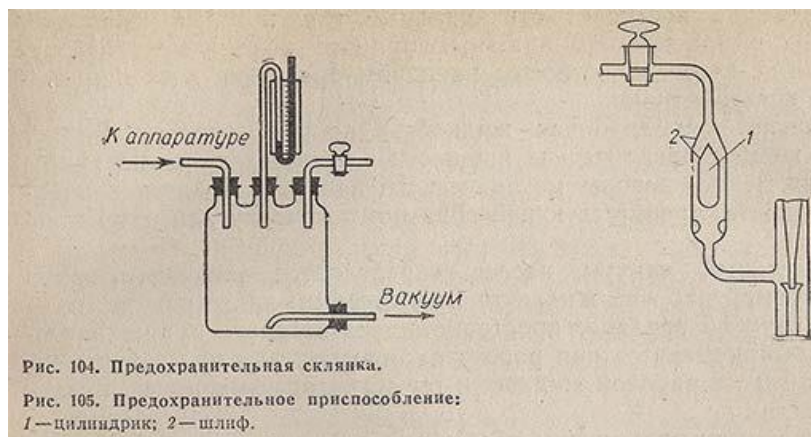


Рис. 104. Предохранительная склянка.

Рис. 105. Предохранительное приспособление:  
1 — цилиндр; 2 — шлиф.

Вследствие падения давления воды или внезапного сужения поперечного сечения при засорении сопла может произойти всасывание воды в откачиваемый сосуд. Если вода начнет поступать в предохранительную склянку, сосуд, из которого откачивают газ (воздух), нужно осторожно отключить и, не закрывая кран водопровода, дать насосу работать некоторое время вхолостую; при этом вода из предохранительной склянки полностью удалится. Когда вода из водоструйного насоса потечет по направлению к сосуду, цилиндр 1 всплывет и прижмется к шлифу 2; тем самым дальнейшее поступление воды прекратится.

При работе с водоструйным насосом вакуум регулируют, впуская воздух через кран предохранительной склянки, а не закрывая водопроводный кран, который должен быть открыт все время полностью. По окончании работы сначала надо медленно впустить воздух в систему и только затем перекрыть воду.

При закупорке сопла стеклянного насоса твердыми частицами, поступающими вместе с водой из водопроводной сети, насос демонтируют и очищают, пуская струю воды в обратном направлении или растворяют

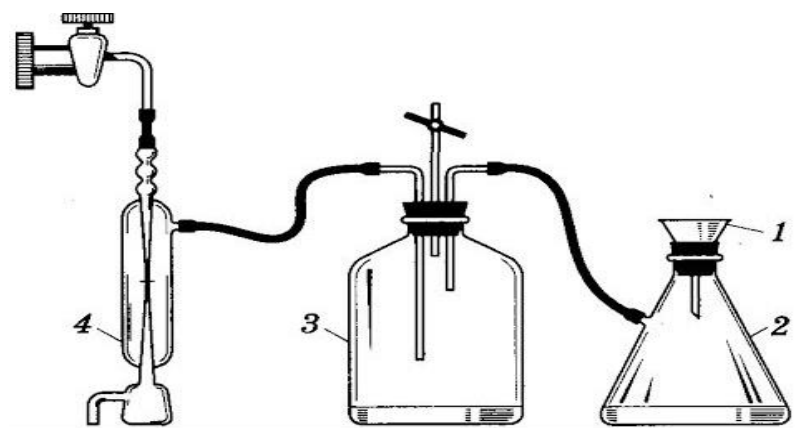
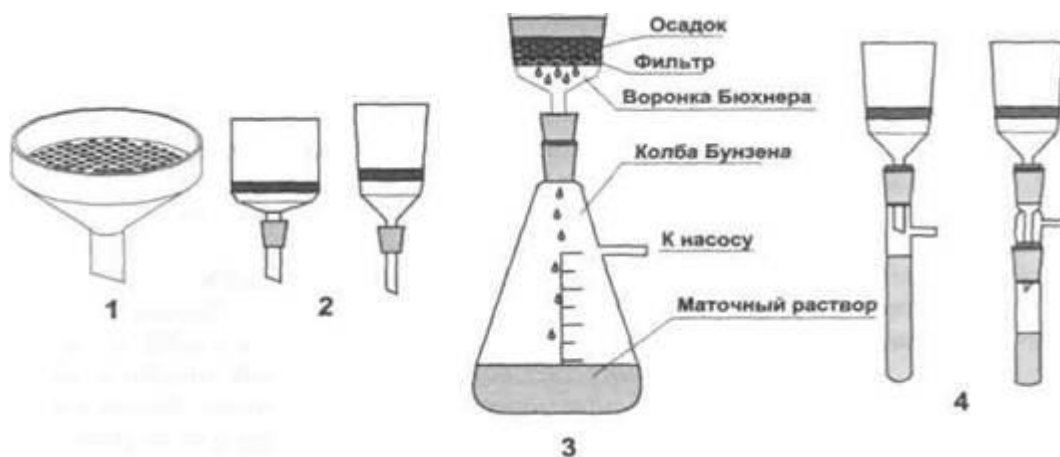
ржавчину соляной кислотой. При очистке забитого сопла стеклянного насоса проволокой, прибор может разбиться.

*Ход выполнения работы:*

Провести фильтрование под вакуумом:

1. Собрать прибор.
2. Провести фильтрование.
3. Ответить на вопросы.

Образовавшиеся кристаллы отделяют от маточного раствора фильтрованием под уменьшенным давлением на воронке Бюхнера. Прибор для фильтрования больших количеств вещества состоит из толстостенной колбы с отводом (колбы Бунзена) и изготовленной из фарфора воронки с плоским дырчатым дном (воронки Бюхнера). В воронку вкладывается кружок фильтровальной бумаги подходящего диаметра.



Фильтрация под вакуумом относится к потенциально опасным операциям. Следует одевать защитные очки и обматывать колбу Бунзена полотенцем или защищать экраном из сетки, предотвращающим в случае взрыва разлетания осколков. Горячие растворы следует фильтровать с осторожностью, создавая минимальный градиент давления.

1. Сначала смачивают фильтр тем же растворителем. После того, как он практически полностью пройдет через воронку, на нее аккуратно переносят фильтруемое вещество и подсоединяют шланг вакуумного насоса.

Если вещество не поместилось полностью, первую порцию фильтруют, снимают вакуум, добавляют следующую порцию и снова присоединяют шланг.

Для снятия вакуума ни в коем случае не закрывать кран водоструйного насоса - это приведет к забрасыванию воды в фильтр! Необходимо отсоединять шланг!

2. После отсасывания всей порции фильтруемого вещества вакуум снимают, добавляют небольшое количество растворителя, перемешивают кристаллы стеклянной палочкой, снова подсоединяют шланг от насоса и повторяют фильтрацию. Обычно бывает достаточно двукратной промывки кристаллов холодным растворителем. В некоторых случаях можно после этого промыть продукт растворителем с заведомо низкой растворяющей способностью

(однако таким, с которым бы смешивался растворитель, в котором проводилась

кристаллизация). После отсасывания и промывки осадок отжимают на воронке, и затем сушат.

### **Контрольные вопросы.**

1. На чем основано разделение гетерогенных смесей с помощью фильтрации?
2. От чего зависит выбор способа фильтрации?
3. Как правильно проводить фильтрацию через стеклянную воронку с плотным фильтром при обычном давлении?

4. Какие приборы используются, когда требуется отфильтровать горячий раствор?
5. Какой вид фильтрования применяется, если нужно провести его быстро или в обычных условиях оно вызывает затруднение? В чем заключается сущность такого фильтрования?
6. Расскажите о порядке и мерах безопасности при фильтровании с помощью воронки Бюхнера и колбы Бунзена.
7. Часто осадок на фильтре приходится промывать. Почему нельзя прерывать этот процесс? Как проверить полноту промывания осадка?

### **Лабораторная работа № 7**

*Тема:* Подготовка оборудования для титрования.

*Цель:* Научиться подготавливать оборудование для титрования, продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.2 Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.

ПК 1.3 Подготавливать для анализа приборы и оборудование.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

- Освоить правила сборки титровальной установки.
- Закрепить умения, подтверждающие теоретические знания.

*Код результата обучения:* ПК 1.2, ПК 1.3, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

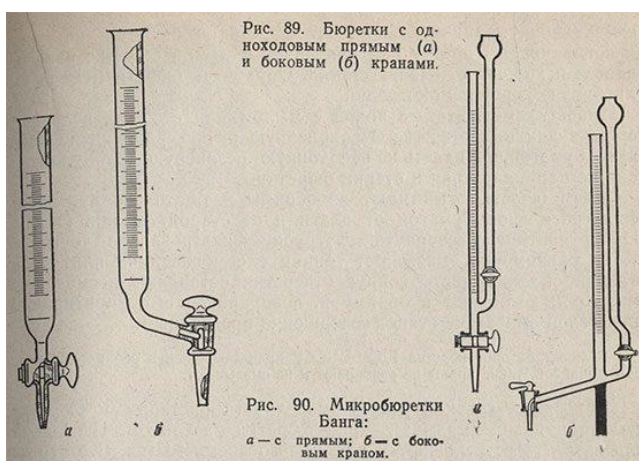
*Материально-техническое обеспечение:*

1. методические рекомендации по теме;
2. штатив, муфты, лапки, резиновые прокладки;
3. бюретки;

*Информационные источники:* О. № 3.

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия.*

Бюретка служит для титрования; представляет собой длинную цилиндрическую стеклянную трубку, градуированную по длине на миллилитры и их десятые доли. Нижний конец трубки сужен и снабжен прямым или боковым краном (рис. 89). Обычные бюретки бывают вместимостью 25-50 мл. Отсчет по бюретке ведут до сотых долей миллилитра, производя деление десятой доли миллилитра на глаз. Результаты титрований в лабораторном журнале записывают с двумя знаками после запятой (например, 24,98 мл, а не 25,0 или 25 мл). Отсчет объема бесцветного раствора проводят по нижней части мениска, окрашенного по верхнему краю его.



Перед применением бюретку тщательно моют. Можно быстро вымыть бюретку, применяя смесь концентрированной серной кислоты с пероксидом водорода. В бюретку наливают 5-10 мл концентрированной  $H_2SO_4$  и 1-2 мл

30%-ной  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Перемешав смесь взбалтыванием, смачивают ею стенки бюретки, наклоняя и поворачивая бюретку над раковиной. Смесь в бюретке разогревается и хорошо отмывает стенки. Обработав бюретку, смесь выливают, а бюретку моют водой. Бюретку моют также водой с мылом или с содой, используя ерш на длинном стержне. Проволочную ручку ерша нужно обернуть бумагой или надеть на нее тонкую резиновую трубку, чтобы она не царапала края и стенки бюретки.

Кран бюретки вынимают из обоймы и тщательно протирают фильтровальной бумагой от влаги и от старой смазки. Обойму крана протирают свернутой в трубку фильтровальной бумагой. Кран равномерно смазывают тонким слоем вазелина или специальной смазки. Места вокруг отверстия оставляют несмазанными. Кран вставляют в обойму и, поворачивая его, «притирают», пока слой смазки не станет совершенно прозрачным. В бюретках где кран закреплен в обойме пластмассовой шайбой, краны не разбирают и не смазывают.

Нельзя из грязной посуды переливать растворы в бюретку, нельзя обильно смазывать кран бюретки вазелином. Нельзя закрывать отверстие бюретки пальцем во время мытья. Все это ведет к загрязнению стенок бюретки жиром. Если во время работы замечено, что на стенках бюретки остаются капли раствора, то необходимо снова тщательно вымыть бюретку.

Для работы бюретку укрепляют в лапке штатива в строго вертикальном положении. Если после мытья бюретки нужно сразу же приступить к титрованию, бюретку дважды споласкивают небольшими порциями того раствора, которым намерены титровать.

Наполняют бюретку раствором через небольшую чистую и сухую воронку; после наполнения бюретки воронку сразу же убирают; оставлять ее в бюретке нельзя. Бюретку всякий раз наполняют выше нуля. Нижний оттянутый конец бюретки должен быть заполнен раствором. Для удаления из него пузырьков воздуха после наполнения бюретки открывают кран и сливают сильной струей часть раствора. Если таким образом не удастся удалить воздух из конца бюретки, конец ее опускают в стакан с раствором,



открывают кран и засасывают немного раствора. При этом пузырек воздуха всплывает, кран закрывают и наполняют бюретку как обычно. Бюретку устанавливают на нуль, после того как убедятся, что в ней не осталось пузырьков воздуха.

После работы раствор выливают из бюретки. Для промывания бюретку дважды наполняют доверху дистиллированной водой и сливают ее. При хранении бюретку наполняют водой и накрывают стеклянным колпачком или пробиркой. Можно также хранить бюретку пустой и сухой, закрыв ее сверху от пыли.

При отсчете глаз наблюдателя должен находиться точно на уровне нижнего края мениска. Чтобы при отсчете мениск был отчетливо виден и имел всегда один и тот же вид, наблюдения ведут на фоне черного экрана. В качестве экрана можно использовать разрезанный вдоль кусочек резиновой трубки длиной около 2 см, который надевают на бюретку (рис. 91). Для этой же цели иногда на сторону, противоположную шкале бюретки, наносят белую или цветную полоску вдоль

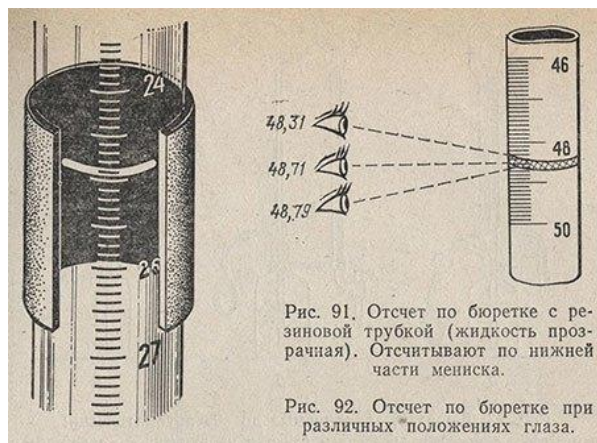


Рис. 91. Отсчет по бюретке с резиновой трубкой (жидкость прозрачная). Отсчитывают по нижней части мениска.

Рис. 92. Отсчет по бюретке при различных положениях глаза.

Ошибки в отсчетах по бюретке являются главным источником ошибок в титриметрическом анализе. Особенно часто подобные ошибки допускают начинающие химики, занимая неправильное положение при отсчете (рис. 92). Относительная ошибка отсчета, вместо допустимого значения 0,1%, может достигнуть 0,3% или даже 0,5%.

При каждом титровании обязательно нужно устанавливать уровень жидкости в бюретке на нуль. Для получения более точных результатов необходимо, чтобы объем затраченного на титрование раствора не превышал

вместимости бюретки и вместе с тем не был слишком мал (не менее 10 мл). Если отсчитываемый объем превышает вместимость бюретки, то возникает необходимость провести два отсчета и соответственно получить две ошибки. Если объем слишком мал, то относительная ошибка измерения составляет слишком большую часть от измеряемой величины. Если ошибка отсчета составляет 0,02 мл, то при объеме в 20 мл относительная ошибка составляет  $0,02 - 100 : 20 = 0,1\%$ , а при объеме в 2 мл она уже составляет  $0,02 - 100 : 2 = 11\%$ .

### *Ход выполнения работы*

Бюретку укрепляют в штативе строго вертикально на такой высоте, чтобы её конец примерно на 1 см входил в горло титровальной колбы.

Под колбу, в которой производят титрование, подкладывают лист белой бумаги. Бюретка должна быть укреплена строго вертикально. Перед заполнением её 2-3 раза ополаскивают раствором титранта. Раствор в бюретку наливают при помощи воронки. Сначала наливают раствора несколько больше нулевого деления, после чего необходимо удалить воздух из кончика бюретки. Если бюретка с краном, то, открыв его, выливают некоторое количество раствора. Если бюретка снабжена резиновой трубкой, то необходимо, отогнув её вверх, выпустить воздух из кончика бюретки. После этого устанавливают уровень жидкости на ноль и обязательно вынимают воронку. Последнее необходимо делать потому, что на воронке всегда остаётся какое-то количество раствора, которое может попасть в бюретку и исказить объём, пошедший на титрование.

### **Содержание отчета**

- 1) тема и цель работы
- 2) задание, оснащение
- 3) рисунки
- 4) заполненная таблица

Название операции	Ход операции	рисунки


5) ответы на контрольные вопросы

### **Контрольные вопросы**

- 1) Правила заполнения бюретки
- 2) Техника безопасности со стеклом и стеклянной посудой.
- 3) Как проверить носик бюретки на наличие воздуха.
- 4) Правила монтажа бюретки.
- 5) Как считывать показания с бюретки.

### **Лабораторная работа № 8**

*Тема:* Подготовка оборудования для фильтрования и промывания осадка.

*Цель:* Научиться подготавливать оборудование для фильтрования и промывания осадка, продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.1 Пользоваться лабораторной посудой различного назначения, мыть и сушить посуду в соответствии с требованиями химического анализа.

ПК 1.2 Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.

ПК 1.3 Подготавливать для анализа приборы и оборудование.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

- Освоить правила сборки установки для фильтрования.
- Познакомиться со способами разделения смесей путем фильтрования.

*Код результата обучения:* ПК 1.1, ПК 1.2, ПК 1.3, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК

б.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

1. методические рекомендации по теме;
2. штатив, муфты, лапки, кольца;
3. воронки;
4. химические стаканы, палочка;
5. промывалка,
6. фильтры;
7. смеси речного песка с поваренной солью.

*Информационные источники:* О. № 3. Д.№2

*Критерии оценок:* приложение №1.

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия.*

Для механического разделения твердой фазы от жидкой в лаборатории пользуются рядом приемов. В простейшем случае твердый осадок можно отделить от жидкой фазы путем *декантации*, т.е. простым сливанием жидкости с поверхности твердого вещества. Однако при этом невозможно добиться полного разделения. Для этого проводят фильтрование или центрифугирование.

*Фильтрование* – одно из наиболее часто встречающихся в лабораторной практике операций по отделению твердой фазы от жидкой. Твердые частицы отделяют при фильтрации суспензии через пористую перегородку с размером пор много меньшим, чем размеры частиц исходного вещества. На эффективность фильтрования влияют следующие факторы:

- вязкость (чем выше вязкость раствора, тем труднее фильтровать);
- температура (чем выше температура, тем легче фильтровать);
- давление (при изменении давления скорость фильтрования увеличивается);
- величина частиц твердого вещества (чем больше размер частиц вещества по сравнению с размером пор фильтра, тем легче идет фильтрование).

Из фильтрующих средств в лаборатории чаще всего применяют фильтровальную бумагу, ткани, вату, асбест и т.д. Выбор фильтрующего материала определяется его свойствами и требованиями к чистоте раствора. Необходимо помнить, что для фильтрования нельзя использовать материалы, каким-либо образом взаимодействующие с фильтруемой жидкостью. Например, щелочи, особенно концентрированные, нельзя фильтровать через фильтр из прессованного стекла и других материалов, содержащих диоксид кремния, так как  $\text{SiO}_2$  растворяется в щелочах. Другой пример, нельзя фильтровать растворы концентрированной серной кислотой через фильтровальную бумагу.

Если размер частиц суспензии очень мал, например, как у коллоидных частиц с диаметром менее 0,001 мм, то применяют мембранные фильтры и центрифуги, или прибегают к коагуляции.

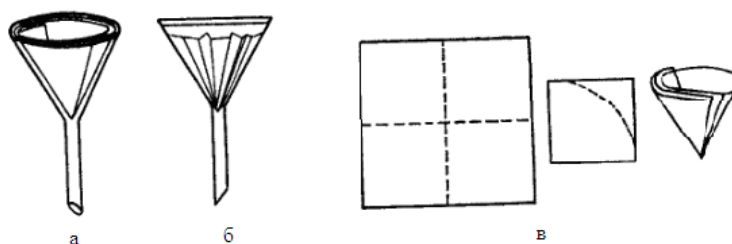
Фильтрование можно проводить различными способами. Это определяется как характером растворителя, так и свойствами отделяемого вещества при фильтровании. Обычно пользуются двумя способами фильтрования: при нормальном и пониженном давлении.

*Фильтрование при атмосферном давлении* – это фильтрование, при котором жидкость проходит через фильтрующий материал только под давлением столба фильтруемой жидкости. В качестве фильтра обычно используют фильтровальную бумагу, которая может быть различной пористости. Фильтрами могут служить также различные ткани, пористое стекло, асбест, обычная и стеклянная вата и др. Основным лабораторным оборудованием, используемом в процессе фильтрования являются различные **воронки**.

*Химические конические воронки* выпускают различных размеров, верхний диаметр их составляет 35, 55, 70 мм и т.д. Воронки для фильтрования всегда имеют угол 60 °С и срезанный угол на длинном конце воронки. При переливании жидкостей необходимо соблюдать следующие правила:

- вставлять воронку в горло сосуда так, чтобы оставался зазор между воронкой и горлом сосуда для воздуха, вытесняемого при заполнении емкости жидкостью;
- не следует воронку заполнять до краев.

Бумажные фильтры могут быть двух видов: простые или складчатые фильтры. Когда целью фильтрования является выделение твердого осадка, используют гладкий фильтр. Если нужно получить чистую жидкость, применяют складчатый фильтр.



*Рис. 29 а, б – конические воронки с различными фильтрами, в – изготовление простого фильтра*

Для приготовления *простого фильтра* берут лист фильтровальной бумаги, складывают вчетверо (рис. 29). Сложенный фильтр обрезают ножницами по дуге до нужного размера. Отделив один слой бумаги, расправляют готовый фильтр, который принимает вид конуса. *Верхний край фильтра не должен доходить до края воронки на 5 мм.* Правильно уложенный в воронку фильтр смачивают соответствующим растворителем и плотно прижимают верхний край фильтра к воронке, чтобы не было воздушных пузырей.

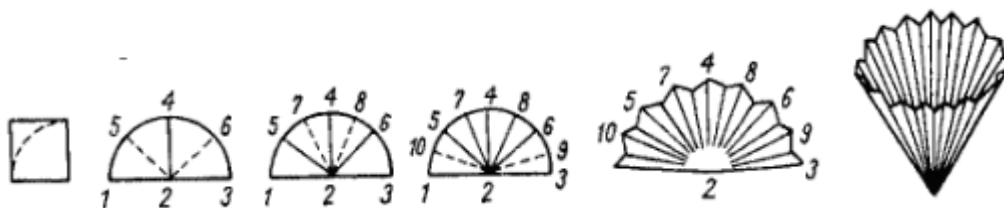


Рис. 30. Приготовление складчатого фильтра.

Фильтрация значительно ускоряется при пользовании *складчатого фильтра* (рис. 30). Для приготовления складчатого фильтра вначале поступают так же, как и при изготовлении простого фильтра. Затем сложенный в два или четыре раза фильтр сгибают несколько раз в одну и другую сторону подобно гармошке. Фильтр расправляют, получается конус с 8-16 гранями, касающимися стенок воронки. Такой фильтр делают из одного слоя бумаги. *Фильтрующая поверхность у него несколько больше, чем у гладкого фильтра.*

*Ход работы.*

1. Собрать установку для фильтрования по эскизу.
2. Провести фильтрование жидкости.
3. ответить на контрольные вопросы.

При фильтровании воронку укрепляют на кольце штатива. Кончик воронки должен касаться стенки сосуда для фильтрата (рис. 31.) Жидкость выливают по стеклянной палочке, прижимая ее к стенке воронки.

Для ускорения фильтрования на фильтре следует поддерживать высокий уровень жидкости, подливая ее небольшими порциями. Затем осадок промывают несколько раз, используя по возможности малые количества растворителя, так как при промывании, хотя и незначительная часть осадка переходит в раствор. Новую порцию жидкости на фильтр наливают, только после того, как предыдущая будет полностью отфильтрована.



Рис. 31. Правильное расположение воронки и приемника

## Содержание отчета

- 1) тема и цель работы
- 2) задание, оснащение
- 3) рисунки
- 4) заполненная таблица

Название операции	Ход операции	рисунки

- 5) ответы на контрольные вопросы

### Контрольные вопросы

1. Что называется фильтрованием.
2. Перечислить оборудование, применяемое для сборки установки для фильтрования.
3. Как правильно проводить фильтрование через стеклянную воронку с плотным фильтром при обычном давлении.
4. Часто осадок на фильтре приходится промывать. Почему нельзя прерывать этот процесс? Как проверить полноту промывания осадка.
5. Какие факторы влияют на эффективность фильтрования.
6. Как ускорить процесс фильтрования.

### Лабораторная работа №9

*Тема:* Подготовка оборудования для дистилляции.

*Цель:* Научиться подготавливать оборудование для дистилляции, продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.1 Пользоваться лабораторной посудой различного назначения, мыть и сушить посуду в соответствии с требованиями химического анализа.

ПК 1.2 Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.

ПК 1.3 Подготавливать для анализа приборы и оборудование.



ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

- Освоить правила сборки установки для дистилляции.
- Получить дистиллированную воду.

*Код результата обучения:* ПК 1.1, ПК 1.2, ПК 1.3, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

1. методические рекомендации по теме;
2. колба Вюрца;
3. холодильник Либиха;
4. аллонж;
5. термометр;
6. приемник;
7. воронка;
8. колба с веществом.

*Информационные источники:* О. № 3. Д.№2

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия.*

Собирают прибор для простой перегонки (рис. 1). В колбу Вюрца 1 через воронку приливают выданную жидкость, предварительно измерив ее

объем. В колбу помещают 1 – 2 кусочка фарфора (кипелки). (Зачем?). В горловину колбы вставляют термометр таким образом, чтобы верхняя граница шарика термометра была приблизительно на 0,5 см ниже отводной трубки колбы (рис. 1). В противном случае термометр будет показывать температуру боль-

шую или меньшую, чем температура перегоняющихся паров жидкости. Затем через холодильник пускают воду.

Если нагревание ведут на водяной или масляной бане, температура бани не должна превышать температуру кипения жидкости более чем на 20 °С (при работе на масляной бане используют дополнительно термометр для контролирования температуры бани). Можно вести нагрев и на воздушной бане. Простейшая воздушная баня получается, если между пламенем газовой горелки (или электроплиткой) и нагреваемой колбой помещают асбестовую сетку.

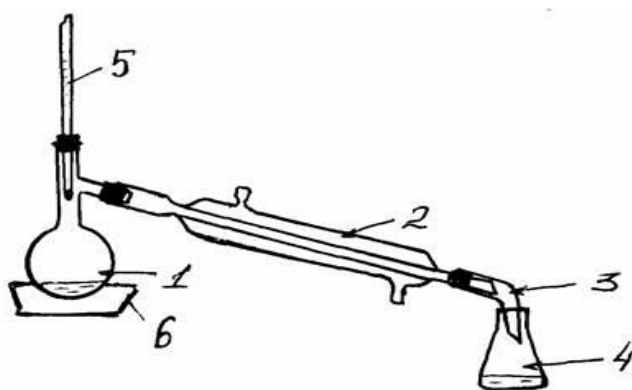


Рис. 1 Установка для перегонки под атмосферным давлением: 1 – перегонная колба (колба Вюрца); 2 – холодильник; 3 – алонж; 4 – приемник

**Прямое нагревание на пламени газовой горелки горючих жидкостей категорически запрещается!**

Когда жидкость закипит, регулируют скорость ее перегонки интенсивностью нагрева.

Нормальная скорость перегонки составляет 1 - 2 капли за 3 с.

Насухо перегонять вещество из колбы не рекомендуется, так как последние капли вещества, сконденсированные в горле колбы (флегма),

попадая на сухое дно перегонной колбы, могут вызвать ее растрескивание. После завершения перегонки измеряют объем полученной фракции.

#### *Ход работы*

1. Собрать установку дистилляции по рисунку 1.
2. В колбу Вюрца налить 100 мл воды
3. Провести процесс дистилляции.
4. Ответить на контрольные вопросы.

#### **Содержание отчета**

- 1) тема и цель работы
- 2) задание, оснащение
- 3) рисунки
- 4) заполненная таблица

Название операции	Ход операции	рисунки

- 5) ответы на контрольные вопросы

#### **Контрольные вопросы**

- 1) Какие вещества можно очистить с помощью перегонки?
- 2) На различии в каком физическом свойстве основано разделение веществ в процессе перегонки?
- 3) На чем основан выбор прибора для перегонки? Представьте схемы используемых приборов. Укажите, какой из них используется в вашем случае?
- 4) Как должна быть заполнена перегонная колба?
- 5) Зачем нужны «кипятильники», когда их следует вносить в жидкость?
- 6) От чего зависит выбор нагревательного прибора?
- 7) Как правильно установить термометр при перегонке?
- 8) С какой скоростью проводится перегонка?
- 9) Когда следует завершить перегонку?
- 10) Что такое температура кипения?

## Лабораторная работа № 10

*Тема:* Техника подготовки приборов для возгонки

*Цель:* Научиться подготавливать оборудование для возгонки (сублимации), продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.1 Пользоваться лабораторной посудой различного назначения, мыть и сушить посуду в соответствии с требованиями химического анализа.

ПК 1.2 Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.

ПК 1.3 Подготавливать для анализа приборы и оборудование.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 5 Использовать информационно-коммуникационные технологии в профессиональной деятельности

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

- Собрать прибор для процесса возгонки.
- Провести очистку йода и нафталина с помощью возгонки.

*Код результата обучения:* ПК 1.1, ПК 1.2, ПК 1.3, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 5, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

1. методические рекомендации по теме;

2. воронки;
3. промывалка;
4. фильтры;
5. фарфоровая чашка;
6. песочная баня;
7. отводная трубка;
8. часовое стекло;
9. стаканы химические;
10. йод, нафталин

*Информационные источники: О. № 3. Д. № 2*

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия.*

Возгонка (сублимация) представляет собой операцию, при которой в нагреваемой части прибора кристаллическое вещество испаряется, а затем, минуя жидкую фазу, конденсируется с образованием кристаллов в охлаждаемой части.

Возгонка происходит при температуре более низкой, чем температура плавления вещества и, конечно, ниже температуры его кипения.

Процесс можно проводить под атмосферным давлением, при пониженном давлении, а также в токе инертного газа.

Часто возгонка служит превосходным средством очистки твердого органического вещества от смолистой примеси, отделить которую путем кристаллизации очень трудно, а прибегнуть к перегонке невозможно, так как вещество разлагается при температуре кипения и даже плавления.

Преимущество очистки твердых веществ возгонкой по сравнению с кристаллизацией заключается в большем выходе чистого вещества и простоте аппаратуры, а также в том, что очищенное вещество свободно от загрязнений, которые даже при тщательной кристаллизации попадают в конечный продукт (волокна фильтровальной бумаги, мелкие частицы угля, остатки растворителя).

Возгонка используется также для очистки твердых неорганических веществ, обладающих значительным давлением паров ( $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{I}_2$ ).

#### Возгонка при атмосферном давлении

Характер образующегося сублимата в значительной степени зависит от температуры конденсации паров очищаемого вещества. Чем ниже температура охлаждающего устройства (холодильника), тем тверже и мельче образующиеся кристаллы. Наилучшая форма кристаллов сублимата достигается в том случае, когда температура конденсирующей поверхности лишь немного ниже температуры плавления вещества.

Для возгонки небольших количеств вещества часто пользуются двумя часовыми стеклами одинаковой величины, пришлифованными друг к другу. На нижнее стекло помещают возгоняемое вещество, между стеклами зажимают продырявленный в нескольких местах кружок фильтровальной бумаги, чтобы образующиеся кристаллы сублимата не падали на нижнее нагретое стекло. Нижнее стекло подогревают на песчаной бане или очень осторожно маленьким пламенем спиртовки на асбестовой сетке, верхнее охлаждают кусочками влажной фильтровальной бумаги.

Рассмотрим часто проводимую в лабораториях операцию очистки йода возгонкой. Йод перед возгонкой смешивают с  $\text{KI}$  и  $\text{CaO}$  и тщательно растирают. Обычно на 6 масс. ч. йода берут 1 ч.  $\text{KI}$  и 1 ч.  $\text{CaO}$ .

Самое простое устройство для возгонки небольших количеств йода - тонкостенный стакан, поставленный на песчаную баню так, чтобы дно его было погружено в песок на 1-2 см. Стакан сверху накрывают часовым стеклом, причем выпуклая сторона его должна быть обращена внутрь стакана. При осторожном нагревании йод возгоняется, и на стекле оседают игольчатые кристаллы, которые собирают при помощи стеклянного или фарфорового шпателя.



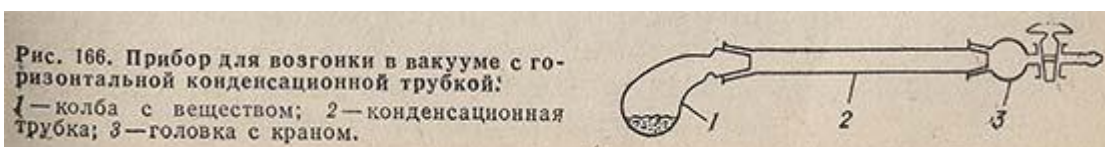
Повторная возгонка приводит к получению препарата йода высокой степени чистоты.

Для очистки веществ возгонкой используют различные устройства (рис. 164). При относительно невысоких температурах возгонки применяют водяное охлаждение, а при высоких обычно достаточно воздушного. Так, например, для возгонки йода иногда используют прибор, состоящий из двух пришлифованных полусферических частей, из которых верхняя служит холодильником.

### Возгонка в вакууме

К возгонке в вакууме прибегают тогда, когда возгоняемые вещества малолетучи. Возгонка в вакууме протекает быстрее и более эффективна, чем возгонка при обычных условиях.

Приборы для возгонки в вакууме весьма просты. Простейший прибор может быть изготовлен из пробирки для отсасывания и обычной пробирки с подводящей и отводящей трубками для воды (рис. 165). Пробирка с водой выполняет в данном случае роль холодильника. Боковой отвод пробирки для отсасывания присоединяют к водоструйному или масляному насосу через предохранительную склянку.



Часто используют прибор, изображенный на рис. 166. Его помещают в воздушную баню так, чтобы снаружи оставалась головка с краном и часть конденсационной трубки. Когда часть вещества возгонится и кристаллы осядут в виде кольца на выступающей части трубки 2, прибор немного выдвигают из воздушной бани и продолжают возгонку. При многократном повторении этого приема можно собрать отдельные порции сублимата и по температуре плавления определить их идентичность. Во время разборки прибора рыхлый сублимат часто отстает от конденсационного устройства (или трубки) и падает на дно прибора, в котором еще содержится неочищенное вещество. В этом случае возгонку нужно повторить.

#### *Ход работы*

1. Собрать прибор для возгонки веществ при нормальном давлении.
2. Провести очистку йода и нафталина.

#### *Очистка йода*

Около 1 г технического йода помещают в маленькую фарфоровую чашку и накрывают стеклянной воронкой, отводящую трубку которой закрывают кусочком ваты. Чашку слабо нагревают, не допуская плавления вещества. При этом йод возгоняется и оседает в виде ромбических кристаллов на стенках воронки.

#### *Очистка нафталина*

В стакан емкостью 1000 мл помещают 2-3 г нафталина и древесные веточки, закрывают круглодонной колбой с холодной водой или часовым стеклом. Нафталин осторожно нагревают до плавления; при этом нафталин возгоняется, покрывая веточки красивыми блестящими пластинками.

#### **Содержание отчета:**

- 1) тема и цель работы
- 2) задание, оснащение
- 3) рисунки
- 4) заполненная таблица

Название операции	Ход операции	Рисунки




5) ответы на контрольные вопросы

**Контрольные вопросы.**

1. Что называется возгонкой?
2. Способы проведения возгонки.
3. Из чего стоят приборы для процесса возгонки?
4. Для чего предназначена возгонка?
5. Условия проведения процесса возгонки.

**Лабораторная работа № 11**

*Тема:* Техника подготовки приборов для выпаривания.

*Цель:* Научиться подготавливать оборудование для выпаривания, продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.1 Пользоваться лабораторной посудой различного назначения, мыть и сушить посуду в соответствии с требованиями химического анализа.

ПК 1.2 Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.

ПК 1.3 Подготавливать для анализа приборы и оборудование.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 5 Использовать информационно-коммуникационные технологии в профессиональной деятельности

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

- Собрать прибор для процесса выпаривания.
- Выделить соль из раствора путем выпаривания.

*Код результата обучения:* ПК 1.1, ПК 1.2, ПК 1.3, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 5, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

1. методические рекомендации по теме;
2. воронки;
3. промывалка;
4. фарфоровая чашка;
5. песочная баня;
6. часовое стекло;
7. стаканы химические;
8. палочка;
9. плитка электрическая;
10. сетка асбестовая;
11. поваренная соль.

*Информационные источники:* О. № 3.

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия.*

### **Выпаривание и концентрирование**

При работе как с водными, так и неводными растворами нередко возникает необходимость в выделении растворенного вещества или повышении его концентрации в растворе. Например, концентрирование растворов для кристаллизации как правило, - обязательная операция, так как для растворения вещества всегда используется большее количество растворителя, чем это необходимо для приготовления насыщенного раствора.

Выпаривание и перегонка основаны на одном и том же принципе - разделении веществ вследствие их различной летучести. Однако эти операции различаются по технике проведения. Основная цель перегонки - получение дистиллята, а выпаривания - выделение нелетучего остатка или повышение концентрации раствора. Обычная перегонная аппаратура неудобна для выпаривания в тех случаях, когда необходимо количественно выделить твердый остаток, и мало пригодна для отгонки воды при низких температурах, особенно от веществ, которые при этом пенятся.

Выпаривание и концентрирование растворов можно проводить при комнатной, повышенной температуре или при температуре кипения растворителя как при атмосферном, так и при пониженном давлении. Скорость испарения жидкости зависит не только от температуры и давления, но и от площади поверхности испарения, интенсивности перемешивания и скорости газа, омывающего поверхность испаряющейся жидкости.

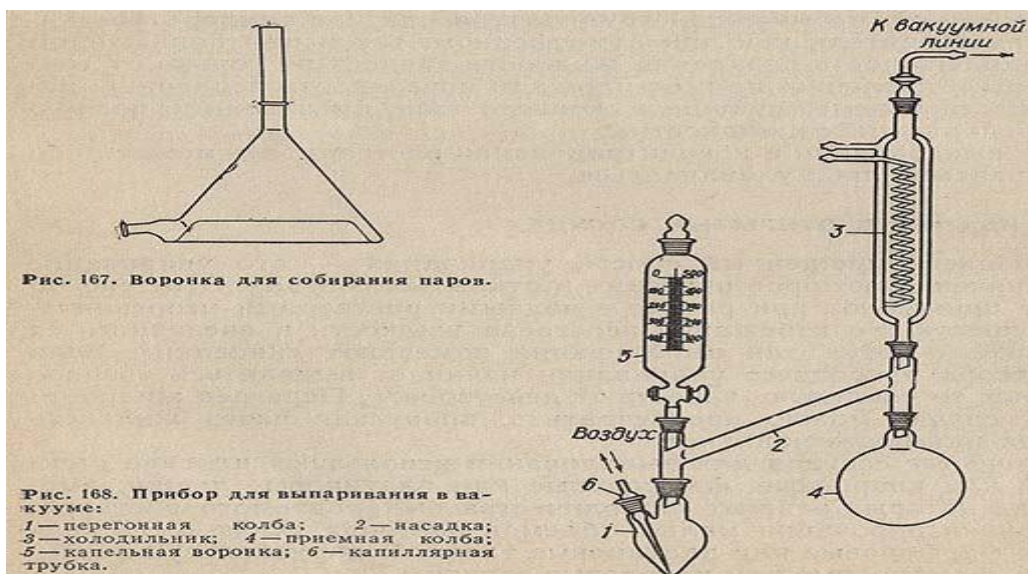
При выпаривании и концентрировании растворитель может либо улетучиваться, либо улавливаться.

### **Выпаривание в открытых сосудах**

Наиболее упрощенный способ упаривания - это упаривание при кипячении, которое проводят в открытых сосудах. Этот способ обычно применяют при работе с водными растворами неорганических веществ. Во избежание перегрева жидкости и внезапного ее вскипания в сосуд для выпаривания помещают «кипелки». Если из раствора в процессе упаривания начинает выделяться твердое вещество, то «кипелки» перестают действовать. Перегрев жидкости в этом случае можно предотвратить, пропуская через жидкость ток газа или перемешивая ее.

В качестве сосудов для выпаривания используют плоские стеклянные или кварцевые, фарфоровые или платиновые чашки, вместимость которых зависит от количества выпариваемого раствора. При концентрировании малых объемов раствора могут быть применены фарфоровые или платиновые тигли. Реже используют стеклянные, фарфоровые или кварцевые стаканы.

При выпаривании в чашках или стаканах на водяной бане следует предохранить раствор от попадания загрязнений из воздуха. Для этой цели используют предохранительную воронку для собирания паров типа ВСП (рис. 167). Воронку укрепляют над чашкой. Пары жидкости попадают в воронку и частично выходят через ее отвод, частично конденсируются на стенках. Образующаяся жидкость стекает в желобок, а из него по резиновой трубке - в приемник для конденсата. В качестве предохранительной воронки можно применять также обычную воронку, диаметр которой несколько больше чашки для выпаривания. Воронку с коротко отрезанной трубкой укрепляют над чашкой в несколько наклонном положении; при этом конденсат стекает с опущенного края.



Ускорить процесс выпаривания и одновременно защитить раствор от загрязнения можно с помощью воронки, приспособленной для отсасывания воздуха водоструйным насосом с поверхности испаряемой жидкости.

При выпаривании водных растворов твердых веществ часто наблюдается явление ползучести. Вещество «ползет» по стенкам сосуда, в котором испаряется растворитель, и даже выходит за края сосуда. Нежелательная ползучесть - следствие неравномерного обогривания раствора, когда верхняя часть чашки (стакана) почти не нагревается. Для предотвращения ползучести рекомендуется пользоваться приспособлением из двух фарфоровых чашек, внутренняя из которых несколько меньше внешней и более плоская. Выпариваемый раствор наливают во внутреннюю чашку, а наружную

подогревают. При этом края внутренней чашки нагреваются быстрее, чем дно, и сначала начинает просыхать верхняя кромка выпавшей корочки кристаллов, а затем нижняя, что препятствует ползучести вещества.

*Ход работы.*

1. Положите в химический стакан шпателем небольшое количество кристаллического хлорида натрия (поваренной соли), налейте в стаканчик дистиллированной воды и перемешайте смесь стеклянной палочкой до полного растворения соли. Перенесите раствор в фарфоровую чашку. Из полученного раствора соль выделите выпариванием воды.

2. Поставьте фарфоровую чашку для выпаривания на металлическую асбестированную сетку, налейте в нее небольшое количество раствора соли и нагревайте с помощью газовой горелки до полного испарения воды.

**Содержание отчета**

- 1) тема и цель работы
- 2) задание, оснащение
- 3) рисунки
- 4) заполненная таблица

Название операции	Ход операции	Рисунки

- 5) ответы на контрольные вопросы

**Контрольные вопросы**

1. Сущность процесса выпаривания
2. От чего зависит скорость испарения жидкости?
3. Из чего состоят приборы для процесса выпаривания?
5. Как ускорить процесс выпаривания?
6. Опишите явление «ползучести» и как от него можно избавиться

## Лабораторная работа № 12

*Тема:* Техника подготовки приборов для проведения кристаллизации.

*Цель:* Научиться подготавливать оборудование для кристаллизации, продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.1 Пользоваться лабораторной посудой различного назначения, мыть и сушить посуду в соответствии с требованиями химического анализа.

ПК 1.2 Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.

ПК 1.3 Подготавливать для анализа приборы и оборудование.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 5 Использовать информационно-коммуникационные технологии в профессиональной деятельности

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

- Собрать прибор для процесса кристаллизации.
- Очистить бензойную кислоту с помощью процесса кристаллизации.

*Код результата обучения:* ПК 1.1, ПК 1.2, ПК 1.3, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 5, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

1. методические рекомендации по теме;

2. воронки;
3. промывалка;
4. часовое стекло;
5. стаканы химические;
6. палочка;
7. плитка электрическая;
8. сетка асбестовая;
9. фильтры;
10. весы аналитические
11. штатив, муфта, кольцо;
12. термометр;
13. вода дистиллированная, бензойная кислота.

*Информационные источники: О. № 3. Д.№2*

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия.*

**Кристаллизация** – это процесс выделения кристаллов твердого вещества при охлаждении раствора, например, после его упаривания. Следует иметь в виду, что при медленном охлаждении раствора образуются крупные кристаллы. При быстром охлаждении (например, при охлаждении проточной водой) образуются мелкие кристаллы.

Очистка твердых химических веществ кристаллизацией основана на различной растворимости основного вещества и загрязняющих его примесей в соответствующем растворителе или смеси растворителей. Для кристаллизации необходимо создать условия, при которых из пересыщенного раствора могли бы выпадать кристаллы очищаемого вещества. Примеси нередко уменьшают скорость и полноту образования кристаллов при охлаждении насыщенных растворов. Это объясняется тем, что последние образуют стойкие адсорбционные комплексы, затрудняющие ориентацию частиц растворенного вещества на поверхности кристаллов. Поэтому не следует приступать к перекристаллизации сырого продукта до тех пор, пока не были испытаны другие способы его очистки. При любой

кристаллизации основной задачей должно являться получение продукта в возможно более чистом виде.

Перекристаллизация состоит из нескольких стадий: приготовления раствора; фильтрации горячего раствора; охлаждения раствора; кристаллизации; отделения кристаллов от маточного раствора; удаления следов растворителя. Часто перед фильтрованием горячий раствор обрабатывают активным углем с целью его обесцвечивания и удаления коллоидных взвесей. В ряде случаев необходимая очистка твердого вещества достигается лишь в результате многократной кристаллизации.

### **Выбор растворителя**

При выборе растворителя следует руководствоваться следующими правилами.

Очищаемое твердое вещество должно плохо растворяться в выбранном растворителе на холоду и хорошо - при нагревании. При этом загрязняющие примеси должны обладать, по возможности, лучшей растворимостью в выбранном растворителе.

«Подобное растворяется в подобном», т. е. вещества хорошо растворимы в растворителях, обладающих строением молекул, химически сходным со строением молекул растворяемого вещества. Так, вещества с ионной структурой хорошо растворяются в растворителях с высокой диэлектрической проницаемостью (вода, спирт), а полярные соединения лучше растворяются в полярных растворителях (вода, спирты, сложные эфиры, кетоны и др.), чем в неполярных (бензол, дихлорэтан и др.).

Растворитель не должен химически взаимодействовать с растворенным веществом.

Практически выбор растворителя производится следующим образом. В ряд химических пробирок помещают по 0,1 г тонкоизмельченного вещества, подлежащего кристаллизации, прибавляют в каждую пробирку по 1 мл растворителя - дистиллированную воду, метиловый спирт, этиловый спирт, ледяную уксусную кислоту, хлороформ, бензол, ацетон - и встряхивают



пробирки. Растворитель считается непригодным для кристаллизации, если навеска вещества растворяется на холоду или при слабом нагревании.

Если в 1 мл растворителя большая часть навески твердого вещества не растворилась на холоду, пробирки закрывают пробками со вставленными в них стеклянными трубками длиной 120-150 мм и нагревают смесь до кипения. При неполном растворении навески твердого вещества прибавляют еще 0,5 мл растворителя и вновь кипятят. Так поступают до тех пор, пока навеска полностью не растворится. Растворитель считается непригодным для кристаллизации, если 0,1 г твердого вещества не растворяется в 3 мл растворителя при кипячении.

При полном растворении вещества горячий раствор профильтровывают в другую пробирку, пользуясь маленьким складчатым фильтром и воронкой с коротко отрезанной трубкой. Прозрачный фильтрат охлаждают (холодной водой, водой со льдом, смесью лед-соль). Если при этом образуются кристаллы, то это свидетельствует о правильном выборе растворителя. Определив приблизительно количество использованного растворителя, устанавливают количественное отношение вещество : растворитель.

Если в результате предварительных испытаний одинаково пригодными оказались два растворителя, то предпочтение отдают тому, который менее огнеопасен, менее токсичен и более удобен для работы. Например, следует по возможности избегать применения сероуглерода, так как он ядовит, исключительно огне- и взрывоопасен. Применение диэтилового эфира также нежелательно, так как он способен ползти по стенкам сосуда, вследствие чего на них выделяется неочищенное вещество.

Часто, смешивая растворители, удается получить раствор, в котором происходит кристаллизация очищаемого вещества. Обычно это наблюдается в тех случаях, когда вещество очень легко растворяется в одном растворителе, но не выделяется из него при охлаждении раствора, а в другом не растворяется. В подобных случаях растворяют очищаемый продукт в первом растворителе и при кипячении осторожно прибавляют горячий второй растворитель, пока не наступит слабое помутнение раствора. Затем

добавляют первый растворитель до исчезновения помутнения, фильтруют горячий раствор и дают смеси охладиться до комнатной температуры.

Для такой кристаллизации чаще всего используют следующие пары растворителей: этиловый спирт и вода, этиловый спирт и бензол, вода и ледяная уксусная кислота, ацетон и вода.

### ***Ход работы***

В стаканчик емкостью 100мл поместить 1 гр. загрязненной бензойной кислоты, 50 мл воды и нагреть смесь до начала кипения. Горячий раствор профильтровать через складчатый фильтр на воронке со специальным приспособлением для горячего фильтрования. Отфильтрованный раствор охладить, а выпавшие кристаллы отделить на нутч-фильтре, состоящим из воронки Бюхнера и колбы Бунзена. Кристаллы потом высушить, взвесить и определить температуру плавления.

### **Содержание отчета**

- 1) тема и цель работы
- 2) задание, оснащение
- 3) рисунки
- 4) заполненная таблица

Название операции	Ход операции	Рисунки

- 5) ответы на контрольные вопросы

### **Контрольные вопросы**

1. Сущность процесса кристаллизации
2. На чем основана очистка твердых химических веществ кристаллизацией?
3. Из чего состоят приборы для процесса кристаллизации?
5. Опишите стадии процесса перекристаллизации
6. Требования, предъявляемые к растворителю
7. Как выбрать растворитель?

## Лабораторная работа № 13

*Тема:* Техника подготовки приборов для проведения экстракции.

*Цель:* Научиться подготавливать оборудование для экстракции, продолжать формирование профессиональных и общих компетенций:

ПК 1.1 Пользоваться лабораторной посудой различного назначения, мыть и сушить посуду в соответствии с требованиями химического анализа.

ПК 1.2 Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов.

ПК 1.3 Подготавливать для анализа приборы и оборудование.

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3. Анализировать рабочую ситуацию, принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести ответственность за результаты своей работы

ОК 5 Использовать информационно-коммуникационные технологии в профессиональной деятельности

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

*Задачи:*

- Собрать прибор для процесса экстракции.
- Провести процесс экстракции.

*Код результата обучения:* ПК 1.1, ПК 1.2, ПК 1.3, ОК 1, ОК 2, ОК 3, ОК 5, ОК 6.

*Место проведения:* химическая лаборатория для занятий по междисциплинарному курсу.

*Время выполнения:* 2 академических часа

*Материально-техническое обеспечение:*

1. методические рекомендации по теме;
2. воронки;

3. промывалка;
4. стаканы химические;
5. штатив, муфта, кольцо;
6. делительная воронка;
7. цилиндр;
8. 0,1 н раствор иода и 20 мл четыреххлористого углерода.

*Информационные источники:* О. № 3.Д.№2

*Краткие теоретические, справочно-информационные материалы по теме занятия*

**Экстракция** – извлечение вещества из смеси с помощью растворителя. Применяется для концентрирования и очистки извлекаемого вещества или для разделения и очистки всех компонентов данной смеси.

#### **Жидкостная экстракция**

Этот вид экстракции основан на различной растворимости извлекаемых веществ в двух несмешивающихся жидкостях.

Распределение растворенного вещества между двумя жидкими фазами определяется *законом распределения* Нернста:

$$c_A/c_B=K,$$

где  $c_A$  – концентрация вещества в фазе А,

$c_B$  – концентрация вещества в фазе В,

$K$  – коэффициент распределения.

Из уравнения следует, что экстракция вещества легко осуществима, если оно растворимо в экстрагирующем растворителе значительно легче, чем в другой фазе, и коэффициент распределения, таким образом, значительно отличается от 1.

Чаще всего экстрагированию приходится подвергать водные растворы. Для этого пользуются делительной воронкой, в которую наливают раствор, содержащий экстрагируемое вещество, и экстрагирующую жидкость, т. е. растворитель, в котором это вещество растворяется лучше.

Растворитель для экстракции (экстрагент) должен отвечать следующим требованиям:

- а) не смешиваться с другим растворителем, который содержит экстрагируемое вещество;
- б) заметно лучше растворять экстрагируемое вещество, чем растворитель, из которого это вещество экстрагируется;
- в) не взаимодействовать ни с экстрагируемым веществом, ни с растворителем, его содержащим;
- г) быть сравнительно безопасным;
- д) легко удаляться при выделении из него вещества.

Делительную воронку (рис. 3), содержащую раствор экстрагируемого вещества и растворитель (не более  $\frac{2}{3}$  ее объема), закрывают пробкой и осторожно встряхивают. В воронке может повышаться давление за счет испарения растворителя, поэтому нужно периодически открывать кран и выпускать пары растворителя (при этом воронку держат трубкой вверх). После встряхивания делительную воронку закрепляют в штативе и оставляют до полного разделения слоев. Затем открывают пробку и, осторожно открывая кран, медленно сливают нижний слой в приемник. Верхний слой выливают через верхнее отверстие воронки в другую посуду. Затем удаляют растворитель из экстракта, в котором содержится извлекаемое вещество. В зависимости от плотности используемого экстрагента экстрактом может являться верхний ( $\rho < 1 \text{ г/см}^3$ ) или нижний слой ( $\rho > 1 \text{ г/см}^3$ ).

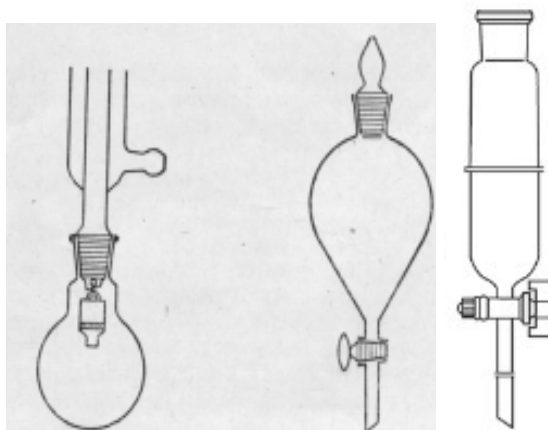


Рис. 3. Делительные воронки

*Ход работы*

1. В делительную воронку поместить 100 мл 0,1 н раствора иода и 20 мл четыреххлористого углерода. Воронку закрыть пришлифованной пробкой, вынуть ее из штатива и провести экстракцию. Для этого, придерживая одновременно пробку и кран, энергично встряхивать воронку приблизительно 20 - 30 сек. Затем закрепить воронку в штативе, открыть пробку, дождаться полного разделения фаз и слить нижний органический слой в колбу с притертой пробкой.

2. Провести экстрагирование еще два раза порциями  $CCl_4$  по 20 мл. После каждого экстрагирования анализировать содержание иода в водной фазе по полученному объёму.

### **Содержание отчета**

- 1) тема и цель работы
- 2) задание, оснащение
- 3) рисунки
- 4) заполненная таблица

Название операции	Ход операции	Рисунки

- 5) ответы на контрольные вопросы

### **Контрольные вопросы**

1. Сущность процесса экстракции
2. Опишите процесс экстрагирования
3. Как называется посуда, в которой проводят экстракцию
5. Применение процесса экстракции
6. Требования, предъявляемые к растворителю



## Список литературы

### Основная:

1. Безопасность жизнедеятельности. Учебник для учреждений сред. проф. Образования / под ред. Арустамов Э. А., Косолапова Н. В.-М.:2013.
2. Основы безопасности жизнедеятельности. Учебник для ссузов. Косолапова Н.В., 2014.
3. Техника и технология лабораторных работ/ под ред. Гайдукова Б.М. - Лань Спб,2016

### Дополнительная:

1. ГОСТ 25794.1-83. Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования (с Изменением N 1)
2. Захаров Л.Н. Начала техники лабораторных работ. Практическое руководство.