

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ імені І. І. МЕЧНИКОВА
ФАКУЛЬТЕТ ХІМІЇ ТА ФАРМАЦІЇ

Т. М. Щербакова, О. М. Рахлицька, О. М. Гузенко

НАВЧАЛЬНА ПРАКТИКА З ТЕХНІКИ ЛАБОРАТОРНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ

НАВЧАЛЬНО-МЕТОДИЧНИЙ ПОСІБНИК
для студентів факультету хімії та фармації
першого (бакалаврського) рівня вищої освіти

ОДЕСА
ОНУ
2024

УДК 378.147.091.33-027.22:542(076)

Щ612

Автори:

Т. М. Щербакова, кандидат хімічних наук, доцент, завідувач кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

О. М. Рахлицька, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

О. М. Гузенко, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри аналітичної та токсикологічної хімії.

Рецензенти:

М. В. Шестакова, кандидат хімічних наук, доцент кафедри безпеки життєдіяльності, екології і хімії Одеського національного морського університету;

Т. О. Кіосе, кандидат хімічних наук, доцент кафедри неорганічної хімії та хімічної освіти Одеського національного університету імені І. І. Мечникова.

Рекомендовано до видання науково-методичною радою

ОНУ імені І. І. Мечникова.

Протокол № 5 від 20 червня 2024 р.

Щербакова Т. М.

Щ612 Навчальна практика з техніки лабораторного експерименту [Електронний ресурс] : навч.-метод. посіб. для студ. ф-ту хімії та фармації першого (бакалавр.) рівня вищ. освіти / Т. М. Щербакова, О. М. Рахлицька, О. М. Гузенко. – Електронні текстові дані (1 файл : 3,8 МБ). – Одеса : Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова, 2024. – 151 с.

ISBN 978-617-689-567-1

Навчально-методичний посібник складено відповідно до програми навчальної практики з техніки лабораторного експерименту для того, щоб спрямувати здобувачів першого курсу на набуття навичок роботи в лабораторії, оволодіння теоретичними та практичними знаннями з властивостей матеріалів та техніки виконання експериментальних робіт в лабораторії.

Може бути рекомендований для здобувачів вищої освіти природничих факультетів, які навчаються за спеціальностями 102 «Хімія», 226 «Фармація, промислова фармація» при підготовці до занять.

УДК 378.147.091.33-027.22:542(076)

ISBN 978-617-689-567-1

© Щербакова Т. М., Рахлицька О. М.,
Гузенко О. М., 2024

© Одеський національний університет
імені І. І. Мечникова, 2024

ЗМІСТ

ВСТУП	4
Лабораторна робота 1 Правила поведінки в лабораторії. Техніка безпеки при роботі в хімічній лабораторії. Порядок виконання лабораторних робіт. Обладнання та оснащення лабораторії	6
Лабораторна робота 2 Лабораторний посуд та догляд за ним	19
Лабораторна робота 3 Робота з терезами та зважування	44
Лабораторна робота 4 Лабораторні нагрівальні прилади та техніка роботи з ними	53
Лабораторна робота 5 Способи проведення реакцій	62
Лабораторна робота 6 Визначення розчинності речовин. Фільтрування та центрифугування	79
Лабораторна робота 7 Приготування розчинів різної концентрації	88
Лабораторна робота 8 Визначення густини та концентрації розчинів	108
Лабораторна робота 9 Рефрактометричне визначення концентрації розчину	118
Лабораторна робота 10 Способи визначення рН	126
Лабораторна робота 11 Буферні розчини та їх приготування	141
РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА	150

ВСТУП

Мета навчальної практики з техніки лабораторного експерименту – здобути навички роботи в лабораторії, оволодіти теоретичними та практичними знаннями з властивостей матеріалів та опанувати методи виконання різних видів робіт в лабораторії, що дозволить ефективно виконувати лабораторний практикум з усіх дисциплін хімічного профілю та підготує здобувачів до самостійної роботи в хімічній лабораторії. Представлені методичні вказівки мають допомогти здобувачам вищої освіти:

- Ознайомитись з роботою в хімічній лабораторії, її оснащенням та обладнанням.
- Засвоїти правила поведінки та техніки безпеки при роботі в хімічній лабораторії.
- Навчитися оформлювати протоколи лабораторних робіт.
- Засвоїти техніку роботи з мірним посудом.
- Ознайомитися з принципом роботи лабораторних приладів: аналітичних та технічних терезів, рефрактометра, ареометра, пікнометрів, водяної та пісочної бані, спиртівки, термостата, сушильної шафи, муфельної печі.
- Ознайомитися з методами розділення концентрування та очищення, методикою приготування різних концентрацій та буферних розчинів.
- Ознайомитися з титриметричним методом та засвоїти техніку титрування.

У результаті проходження практики здобувач вищої освіти повинен

знати:

- техніку безпеки при роботі в хімічних лабораторіях НДІ, промислових підприємств, дослідних центрів;
- принципи роботи з хімічним посудом та обладнанням;
- способи проведення хімічних реакцій “мокрим” та “сухим” шляхом;
- основні методи та прийоми розділення, концентрування та очищення;
- способи приготування розчинів точних і приблизних концентрацій;

вміти:

- планувати та виконувати хімічний експеримент, застосовувати придатні методики та техніки приготування розчинів та реагентів;
- користуватися приладами, що застосовують в техніці лабораторного експерименту.
- готувати розчини з різними концентраціями.

Здобувачі вищої освіти під час проходження практики зобов'язані:

- до початку практики одержати від керівника практики методичні матеріали (методичні вказівки, програму, щоденник, індивідуальне завдання) та консультації щодо оформлення всіх необхідних документів;
- своєчасно прибувати на базу практики;
- у повному обсязі виконувати всі завдання, передбачені програмою практики та вказівками її керівника;
- вивчити і суворо дотримуватись правил охорони праці, техніки безпеки та внутрішнього розпорядку;
- нести відповідальність за виконану роботу;
- своєчасно оформити звітну документацію та скласти залік з практики.

Протягом проходження практики відбувається узагальнення матеріалів практики та підготовка підсумкового звіту, який повинен бути представлений на останньому тижні практики. Підсумки практики підводяться на засіданні кафедри аналітичної та токсикологічної хімії та розглядаються на засіданні вченої ради факультету хімії та фармації.

Форми контролю і методи оцінювання

Контроль за проходженням здобувачами навчальної практики здійснюють: керівник навчальної практики від кафедри аналітичної та токсикологічної хімії факультету хімії та фармації;

Контроль здійснюється з дотриманням вимог об'єктивності, індивідуального підходу, систематичності і системності та всебічності.

Контроль включає:

1. Поточний контроль: Самостійна робота та виконання індивідуального завдання (Виконання та захист лабораторних робіт) – 55 б.
2. Періодичний контроль: Оформлення щоденника практики та звіту практики – 15 б. Підготовка та захист Виробничої практики –30 б.
3. Підсумковий контроль: диференційований залік.

Загальна підсумкова оцінка за навчальної практику визначається як сума балів за результатами всіх видів поточного і періодичного контролю.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 1

Правила поведінки в лабораторії. Техніка безпеки при роботі в хімічній лабораторії. Порядок виконання лабораторних робіт. Обладнання та оснащення лабораторії

Матеріальне забезпечення

Скляний посуд загального призначення: пробірки, лійки, склянки, колби (конічні, круглодонні), кристалізатори, промивалки тощо.

Посуд спеціального призначення: ексикатори, колби Бунзена та Вюрца, дефлегматори, поглинальні склянки, апарат Кіппа.

Мірний посуд: циліндри, мензурки, піпетки Мора, градуйовані піпетки, мікропіпетки, бюретки, мікробюретки, мірні колби.

Фаянсовий посуд: тиглі, чашки для випарювання, ступки, стакани, лійки.

Металеve обладнання: штативи з набором лапок, кілець, муфт, штативи для пробірок, затискачі Мора, Гофмана, триноги, тигельні та муфельні щипці, пінцети, ступки.

Навчальна мета

Знати:

1. Обладнання та оснащення лабораторій.
2. Призначення лабораторного посуду та допоміжного приладдя.
3. Правила безпеки під час роботи в лабораторії.

Уміти:

1. Дотримуватися правил поведінки в лабораторії.
2. Дотримуватися правил безпеки під час роботи в лабораторії.

План проведення заняття

1. Загальні правила поведінки в лабораторії.
2. Основні правила техніки безпеки в лабораторії при проведенні хімічного експерименту.
3. Перша допомога в разі нещасних випадків.
4. Обладнання та оснащення лабораторії.
5. Лабораторний посуд та допоміжне приладдя.
6. Порядок виконання та загальні вимоги до оформлення лабораторних робіт.

Основою безпечної роботи в хімічній лабораторії є дотримання правил поведінки та техніки безпеки праці та протипожежних заходів.

1.1. Загальні правила поведінки в лабораторії

До робіт в хімічній аналітичній лабораторії допускаються особи, яким на момент виконання робіт виповнилося не менше 18 років. Виконавець робіт повинен пройти інструктаж з техніки безпеки праці і протипожежних заходів, зробити у відповідному журналі запис про це. Він повинен бути ознайомлений з умовами праці, йому має бути продемонстрований порядок організації робочого місця, безпечні прийоми роботи та способи виявлення несправностей апаратури, проведено навчання діям при можливому виникненні загрозливих ситуацій та аварій, користування аптечними засобами.

Загальні правила в лабораторії

1. Заходьте до лабораторії тільки з дозволу викладача. Заходьте і виходьте з лабораторії спокійно, щоб випадково не перекинути хімічний посуд з приладами або склянки з реактивами, що стоять на столах.

2. У лабораторії категорично забороняється:

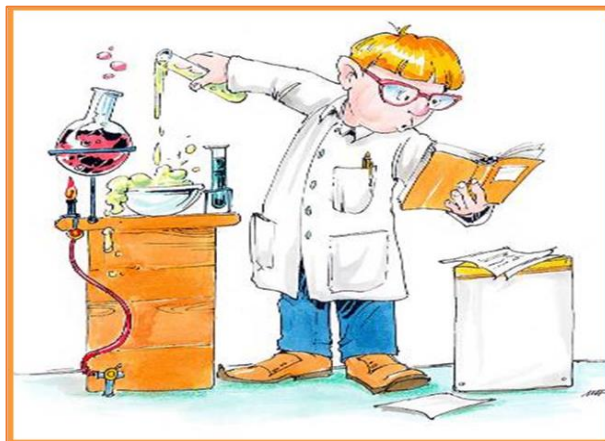
- працювати без халата;
- працювати одному в лабораторії;
- залишати лабораторію без дозволу викладача;
- пробувати на смак хімічні реактиви, допускати їх контакти зі шкірою;
- залишати відкритими шкідливі хімічні речовини і зберігати речовини без відповідного надпису;
- брати для роботи реактиви невідомого походження, проводити синтез в забрудненому хімічному посуді;
- нахилитися над посудом, у якому кипить рідина;
- працювати у витяжній шафі з повністю піднятими дверцятами, просувати голову до витяжної шафи;
- виливати в раковину концентровані розчини кислот і лугів, а також органічні розчинники, сильно пахучі й вогнебезпечні речовини та їх розчини;
- зтягувати ротом у піпетки органічні і неорганічні сполуки та їх розчини;
- одному переносити бутілі з хімічними речовинами;
- виносити з лабораторії посуд та хімічні реактиви;
- залишати без нагляду діючі прилади;
- приймати їжу, пити воду з хімічного посуду.

3. Працювати в лабораторії необхідно тільки в халаті з бавовняної тканини, який одягають на верхній одяг та застібають зпереду.

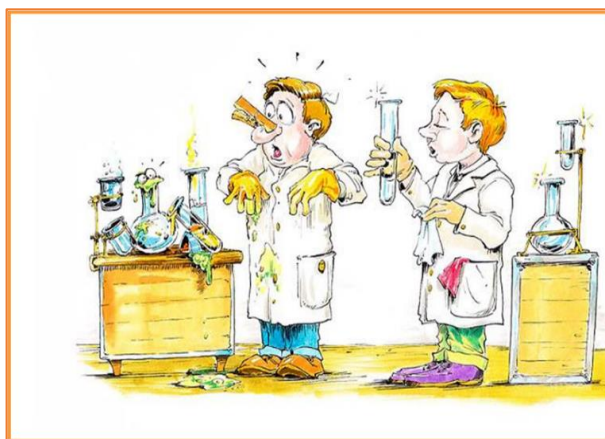
4. Кожен студент повинен працювати на закріпленому за ним робочому місці. Основним місцем виконання лабораторних робіт є робочий стіл, на якому необхідно дотримувати чистоту й порядок. Під час проведення досліду на робочому місці не повинно бути нічого зайвого; всі предмети необхідно розставити в певному порядку так, щоб їх зручно було брати, не зачепивши за предмети, що розташовані поряд.

5. У лабораторії треба зберігати тишу, підтримувати чистоту, порядок й дотримуватись усіх правил з техніки безпеки при виконанні роботи.

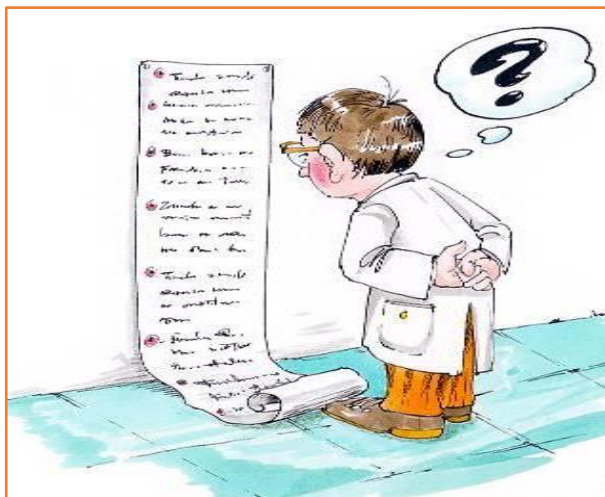
6. Забороняється займатися в лабораторії сторонньою роботою (читати художню літературу, виконувати завдання з інших дисциплін, розмовляти по телефону). Неакуратність, неуважність і поспіх часто призводять до нещасних випадків з важкими наслідками.



7. Досліди треба проводити тільки в чистому хімічному посуді. Після закінчення роботи студент повинен помити посуд



8. Перед тим як приступити до роботи студент повинен добре засвоїти техніку виконання лабораторної роботи, вивчити хімічні й токсичні властивості вихідних речовин, розчинників та речовин, які синтезують, або з якими працюють. Перевірте, чи є все, необхідне для дослідів, і продумайте послідовність виконання кожного з них.



9. При виконанні лабораторних робіт всі спостереження потрібно записувати в спеціальний зошит – лабораторний журнал – безпосередньо після кожного досліду

10. Дбайливо ставтеся до обладнання лабораторії

11. Користуватися реактивами можна лише із тих склянок, на яких є надписи



12. Не можна куштувати хімічні речовини на смак, їсти та пити в хімічному кабінеті.



13. Кожен студент повинен знати, де розташовані в лабораторії засоби протипожежної безпеки й аптечка, вміти ними користуватися та надавати першу допомогу при нещасних випадках.

1.2. Основні правила техніки безпеки в лабораторії при проведенні хімічного експерименту

Значна частина лабораторних робіт пов'язана з застосуванням токсичних, вогне- або вибухонебезпечних речовин, тому всі студенти перед початком робіт в лабораторії повинні ознайомитись з запобіжними засобами при роботі зі склом, токсичними, легкозаймистими і вогненебезпечними речовинами.

1. Працювати слід так, щоб реактиви не потрапляли на шкіру, очі, в ротову порожнину. У разі потреби необхідно негайно змити реактив і надати першу домедичну допомогу.

2. Уважно читайте етикетку на посудині з тією речовиною, яку берете для досліду. Відкривши посудину, пробку не кладіть на лабораторний стіл боком, а поставте її вертикально (рис.1).



Рис.1 Так треба ставити пробку, відкриваючи посудину з реактивом



Рис.2. Знімання краплі рідини з шийки посудини

3. Роботу з отруйними або з різким запахом речовинами слід проводити тільки у витяжній шафі.

4. При змішуванні двох рідин необхідно дотримуватися правила: рідину з більшою густиною вливають в рідину з меншою густиною.

5. Беріть реактиви для дослідів тільки в тих кількостях, які зазначені в інструкції. Якщо в інструкції не вказано, яку масу чи об'єм речовини треба взяти, то суху речовину беріть у такій кількості, щоб вона закрила лише дно пробірки, а розчину не більше ніж 1/3 її об'єму.

6. Не зливайте надлишок реактиву назад у посудину, де він зберігався.

7. Під час наливання рідин беріть посудину з реактивом так, щоб етикетка спрямовувалась у бік долоні, знімайте краплю з краю шийки посудини, оскільки рідина, стікаючи по склу, псуватиме етикетку, може обпекти руку (рис. 2).



8. Нюхати речовини можна лише у разі потреби з дозволу викладача, при цьому обережно легким рухом руки спрямувати на себе пару чи газу. Не можна нахилитися над посудом з реактивами і вдихати на повні груди.



НЕ ВІРНО!



ВІРНО!

9. Забороняється виливати в раковину залишки концентрованих кислот та лугів, легкозаймистих і горючих речовин.

10. Не заглядайте в пробірку, в якій нагрівається рідина, і не нахилийтеся над посудиною, в яку наливається будь-яка рідина (особливо їдка), щоб непомітні бризки не потрапили в очі.



Рис. 3. Розбрикування рідини під час наливавання в посудину

11. Користуйтеся пробіркотримачем під час нагрівання розчинів у пробірці. Уважно стежте за тим, щоб отвір пробірки був спрямований від вашого обличчя, бо рідина внаслідок перегрівання може виплеснутися з пробірки. Під час нагрівання рідин стежте, щоб не перегрівалися стінки посудини над рідиною (особливо, коли рідини мало), тому що при потраплянні крапель рідини на перегріте скло посудина може тріснути. Не нагрівайте пробірку лише знизу, а прогрівайте її всю, весь її вміст, щоб уникнути перегрівання (рис.4).



Рис.4. Так треба нагрівати пробірку

При нагріванні фарфорові «кипілки» необхідно додавати тільки до холодної реакційної суміші або до розчину; органічні рідини нагрівати тільки в круглодонних колбах на металевих сітках (нагрівання газовим пальником) або в банях; не можна нагрівати рідину в колбі, яка щільно закоркована; нагрівати леткі, легкозаймисті речовини треба в колбах зі зворотним холодильником; не можна нагрівати на сітці товстостінні стакани, колби Бунзена, фарфорові ступки; при перегонці у вакуумі застосовувати тільки круглодонні колби; не можна нагрівати тонкостінний хімічний посуд на відкритому вогні; при нагріванні хімічного посуду на металевій сітці необхідно стежити, щоб полум'я не виривалось з під сітки і рівномірно нагрівало хімічний посуд. В іншому випадку хімічний посуд буде нагріватися нерівномірно і може лопнути.

12. Запобіжні заходи при роботі зі скляним хімічним посудом.

Більшість лабораторних робіт проводиться в скляному тонкостінному й крихкому хімічному посуді. Слід пам'ятати, що неправильна або необережна робота зі склом призводить до нещасних випадків. Найнебезпечніше – порізи склом, забрудненим хімічними речовинами.

При розрізуванні скляних паличок, ампул або трубок спочатку роблять надріз пилочкою або спеціальним ножом, а потім закривають місце надрізу рушником і переламують їх. При цьому паличку трохи розтягують і руки тримають якомога ближче до місця зламу.

Посуд з реактивами слід брати двома руками, причому однією за горловину, а другою підтримувати за дно. хімічний посуд і прилади треба тримати обережно, не стискаючи сильно в руках;

Для з'єднання трубки з корком або шлангом кінці її треба оплавити на пальнику і після охолодження змастити гліцерином або змочити водою. При вставлянні трубки в корок або в шланг її слід тримати пальцями якомога ближче до кінця, який вставляється. Трубку треба вкручувати в корок. В іншому разі можна зламати трубку і порізати руки.

13. Запобіжні заходи при роботі з кислотами та лугами. Рідкі кислоти можуть спричинити тяжкі хімічні ураження, які погано загоюються. Сульфатна, хлоридна і нітратна кислоти, а також сильні моно- і полігалогенкарбонові та нітрокарбонові органічні кислоти, луги викликають сильні опіки шкіри та слизової оболонки, призводять до ураження рогівки ока, що може зумовити втрату зору. При роботі з кислотами і лугами необхідно пам'ятати і виконувати такі правила:

- Бутилі з кислотами і лугами треба зберігати в дерев'яних обрешітках або корзинах, в дерев'яних або металевих стояках у складах хімічних матеріалів.

- В лабораторіях можна зберігати 1–2 л концентрованих розчинів кислот і лугів.
- Переливання та інші роботи з кислотами і лугами слід проводити в захисних окулярах, в гумових чоботях, рукавицях і у фартусі. Розливати кислоту необхідно тільки під тягою через лійку. При переливанні кислот, які димлять (концентрована нітратна або хлоридна кислота) треба надягати протигаз або респіратор. При відсутності їх можна обмотати рот і ніс рушником, змоченим слабким розчином соди.
- Категорично забороняється затягувати ротом кислоти і луги через піпетку. Наповняти піпетки кислотами і лугами або їх розчинами треба тільки за допомогою гумової груші.
- При розбавленні кислот і лугів слід повільно, невеликими порціями при перемішуванні додавати кислоту і луги у воду, а не навпаки, оскільки при доливанні води до сульфатної кислоти через екзотермічний процес розбавлення суміші на поверхні сильно нагрівається, скипає, внаслідок чого розчин кислоти розбризкується. Розбавляти сульфатну кислоту, готувати суміші сульфатної і нітратної кислоти через виділення великої кількості теплоти можна тільки в жаростійкому тонкому скляному хімічному посуді або в фарфорових стаканах.
- Подрібнювати тверді луги (натрій гідроксид, калій гідроксид) слід в рукавицях і окулярах у витяжній шафі у фарфоровій ступці, закритій зверху рушником. Тверді луги не можна брати руками. Для цього можна використати фарфорову ложку або щипці.
- При розчиненні у воді лугів, як і при розчиненні кислот відбувається сильне розігрівання суміші, що може привести до розтріскування скляного хімічного посуду, особливо товстостінного, тому розчиняти тверді їдкі луги можна тільки в фарфоровому посуді.
- Відпрацьовані розчини лугів та кислот необхідно зливати тільки в спеціальні склянки з відповідною етикеткою, які знаходяться у витяжній шафі, під тягою. Категорично забороняється виливати розчини лугів та кислот в каналізацію без попередньої нейтралізації.
- Підлогу, яка залита кислотою, слід засипати піском. Потім його збирають і виносять з приміщення. Промивають підлогу розчином натрій гідрокарбонату (содою) (тобто проводять нейтралізацію) і в кінці промивають водою.

14. Запобіжні заходи при роботі з особливо небезпечними, токсичними, легкозаймистими і вогненебезпечними речовинами Усі роботи слід проводити у витяжній шафі з максимально закритими дверцятами. Перед роботою необхідно перевірити ефективність дії витяжної шафи. Працювати

треба в гумових рукавичках і захисних окулярах під наглядом викладача. При роботі з вогненебезпечними, легкозаймистими і вибухонебезпечними речовинами (прості та складні ефіри, спирти, ацетон, бензин, бензен, хлороформ, карбон(IV) хлорид, тетрагідрофуран) слід дотримуватись таких запобіжних заходів:

- Зберігати легкозаймисті рідини необхідно в товстостінному скляному посуді в окремому приміщенні, що віддалене від джерел тепла, у викладених вогнестійким матеріалом ящиках. Легкозаймисті рідини у скляній тарі повинні бути надійно закупорені, на ній повинен бути напис «Вогненебезпечні речовини».
- Забороняється зберігати на лабораторному столі посуд з вогненебезпечними, легкозаймистими і вибухонебезпечними рідинами.
- Не можна тримати легкозаймисті речовини біля вогню, ввімкнутих електроплиток або в теплому місці.
- Забороняється нагрівати легкозаймисті рідини у відкритому хімічному посуді на паяльниках або на електричних плитках. Легкозаймисті рідини нагрівають у колбах зі зворотним холодильником (водяним) на водяних банях, які попередньо нагріті, віддалені від місця роботи. Температуру водяної бані підтримують додаванням гарячої води. Колба для перегонки повинна бути герметично приєднана до холодильника.
- Забороняється досуха проводити перегонку органічних рідин, оскільки багато речовин (диетиловий етер, діоксан) при цьому утворюють вогненебезпечні пероксиди.
- Забороняється переганяти етер, який довгий час зберігали, без попередньої перевірки на присутність пероксидів, які є вибухонебезпечними.
- Перед тим, як розібрати прилад в якому знаходиться легкозаймиста речовина, треба вимкнути всі нагрівальні прилади, розташовані поблизу.
- Слід пам'ятати, що пари етеру і сульфідної кислоти «стеляться» по поверхні стола і можуть зайнятися на значній відстані від місця їх утворення.
- Щоб уникнути пожежі від випадково викинутого сірника, не можна виливати легкозаймисті речовини у раковину, відра та ящики для сміття.

15. Гасіння місцевої пожежі При виникненні пожежі треба негайно вимкнути всі газові пальники та електроприлади, а також забрати всі вогненебезпечні речовини, потім перекрити доступ повітря до вогню, для чого місце пожежі засипати піском, накрити ковдрою, яка зроблена з вовни, або обробити вуглекислим газом з вогнегасника. Не слід заливати водою місце

горіння натрію, калію або речовин, які змішуються з водою (бензен, етер), оскільки в багатьох випадках це може привести до розтікання полум'я і, відповідно, до розширення зони пожежі. Розчинні у воді вогнебезпечні речовини можна гасити водою.

При загорянні органічної рідини в колбі необхідно перекрити доступ повітря в колбу, для чого закрити горловину колби керамічною плиткою, азбестовою сіткою, вовняною ковдрою.

При загоранні одягу не слід бігати по кімнаті, необхідно негайно накинути ковдру, вироблену з вовни, халат або піджак і щільно притиснути, щоб перекрити доступ повітря до одягу, який горить.

1.3. Перша допомога при нещасних випадках

У всіх нещасних випадках (глибокому порізі, отруєнні, опіках тощо) необхідно негайно звернутися до лікаря. За можливості потерпілому треба надати першу допомогу.

1. При порізах склом слід видалити уламки скла з рани, змазати уражене місце 3 % спиртовим розчином йоду і перев'язати бинтом, щоб припинити кровотечу.
2. При отруєнні шкідливими газами негайно припинити дослід і відкрити вікна та двері. Потерпілого винести на свіже повітря, розстебнути одяг, дати понюхати вату, змочену нашатирним спиртом. Коли потерпілий опритомніє, дати йому міцного чаю. При неглибокому отруєнні хлором або парою бромю дати понюхати суміш етилового і нашатирного спиртів.
3. При отруєнні йодом потерпілому дати випити крохмаль з водою, молоко, міцний чай або розчин соди.
4. У разі отруєння лугами (їдким натром) необхідно випити молока або 2 % розчину оцтової або лимонної кислоти. Не давати блювотних засобів.
5. При отруєнні кислотами (соляною, сульфатною) дати потерпілому води з розтертою крейдою, попелом, 1 % розчин натрію гідрогенкарбонату, вапняну воду. Не давати блювотних засобів і не промивати шлунок.
6. При термічних опіках I ступеня (почервоніння, незначна припухлість) уражене місце протирають ваткою, змоченою етиловим спиртом або слабким 2 % розчином калію перманганату, таніну або маззю від опіків. При опіках II і III ступенів треба уражене місце закрити чистою тканиною, яку змочили в холодній воді.

Хімічні опіки

Опіки кислотою. При потраплянні кислоти на шкіру уражене місце слід негайно обмити великою кількістю води, потім 3–5 %-им розчином натрію гідрокарбонату і знову водою. При потраплянні кислот, кислотної пари чи газів

в очі необхідно впродовж 3–5 хв. промивати їх проточною водою (18–22 °С). Потім промити 3–5 %-им розчином натрію гідрокарбонату і знову водою. При потраплянні кислот, кислотної пари чи газів до ротової порожнини треба багаторазово промивати рот водою, а потім 3–5 %-им розчином натрію гідрокарбонату.

Опіки лугами. При потраплянні лугу на шкіру уражене місце слід промити проточною водою, потім 3–5 %-им розчином оцтової кислоти і знов водою. При потраплянні лугу в очі треба промивати їх струменем води впродовж 3–5 хв, потім 2 %-им розчином борної кислоти.

Опіки фенолом. Уражене місце багаторазово обробляють спиртом, потім на нього накладають компрес із вати або марлі, змочених гліцерином.

Опіки бромом. Змити бром великою кількістю води або спирту, а потім 10 %-им розчином гідро- або гіпосульфату.

1.4. Обладнання та оснащення лабораторії

Хімічні лабораторії можуть мати різне обладнання, але обов'язково повинні задовольняти санітарно-гігієнічним вимогам. Стіни лабораторії повинні бути облицьовані кахлем або пофарбовані олійною фарбою, а підлога – застелена лінолеумом чи викладена кахельною плиткою. Лабораторія повинна мати приливно-витяжну або, на крайній випадок, у відповідності з роботами, які виконуються, витяжну вентиляцію, протипожежне обладнання (пінний або вуглекислий вогнегасники, за необхідності ящик з піском і просякнуту вогнегасною речовиною кошму), засоби індивідуального захисту (гумові рукавички, захисні окуляри, щитки або маски з органічного скла, за необхідності респіратори тощо), аптечку для надання першої допомоги при різних травмах, отруєннях, втраті свідомості тощо. Лабораторія повинна бути забезпеченою холодною та гарячою водою, електроенергією, за необхідності певними газами. У спеціально відведеному місці під витяжною шафою обов'язково встановлюються окремі ємкості для злиття залишків кислот, лугів, органічних рідин, а також в певному місці ємкості для складання використаного посуду і окремо сміття.

Обладнання розміщується також на вкритих пожежостійкими матеріалами лабораторних столах.

Крім основних приміщень в лабораторії повинні бути допоміжні – для зберігання реактивів, пробопідготовки, мийна, апаратна, підсобна тощо. У лабораторії в доступному місці повинні бути засоби протипожежної безпеки (вогнегасник, ящик з піском, ковдра із вовни), захисні маски, окуляри, протигази, респіратори і аптечка з медикаментами.

В кожній лабораторії повинні бути перелік інструкцій з охорони праці та пожежної безпеки, які затверджені особою за наказом керівника установи. Контроль за виконанням вимог техніки безпеки праці та протипожежних заходів в лабораторії покладено на особу, яка призначена керівником установи або уповноваженою ним особою за наказом. Дотримання всіх запобіжних заходів забезпечить безпеку виконання лабораторних робіт.

Для хімічного експерименту в лабораторіях використовують **скляний, фарфоровий посуд** (тиглі; чашки для випаровування; ступка; стакан; лійка), **металеve обладнання** (штатив з набором лапок, кілець і муфт; штатив для пробірок; затискувачі Мора, Гофмана; триноги; тигельні та муфельні щипці; пінцети; ступки), **нагрівальні прилади**, а також **різноманітні прилади спеціального призначення**.

Фарфоровий посуд стійкий до дії кислот і лугів. Його можна використовувати при температурі 1000–1200 °С.

Серед скляного посуду треба розрізнити:


Скляний посуд загального призначення – пробірки, лійки, скляні колби (конічні та круглодонні), кристалізатори, промивалки,



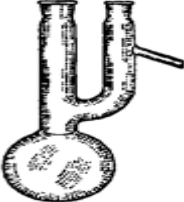
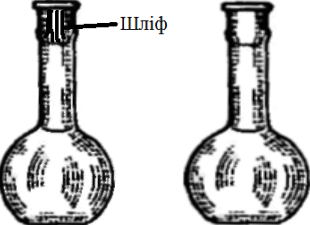


Скляний посуд спеціального призначення – ексикатори, колби Бунзена, Вюрца, дефлегматори, поглинальні склянки, апарат Кіппа.

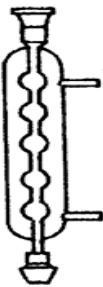
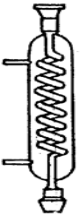

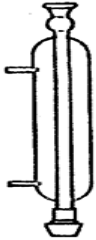
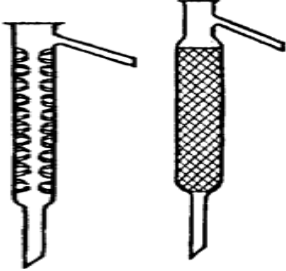

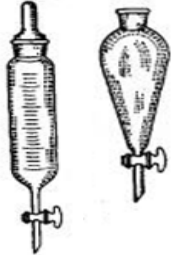
Мірний посуд – циліндр, мензурка, піпетка Мора, градуйовані піпетка, мікропіпетка, бюретка, мікробюретка, мірні колби (табл. 1)

Таблиця 1



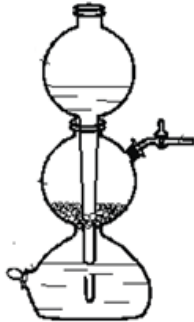

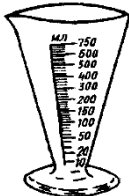

Основний лабораторний скляний, фарфоровий посуд, металічні і нагрівальні прилади, які використовують під час хімічного експерименту



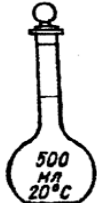





№	Назва	Малюнок	Призначення
<i>Скляний хімічний посуд загального та спеціального призначення</i>			
1.	проста пробірка		для проведення хімічних реакцій з неорганічними і органічними речовинами
2.	калібрувальна пробірка		для біохімічних досліджень, для центрифугування
3.	хімічні стакани		для відмірювання об'ємів та змішування речовин



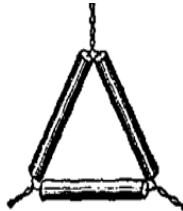
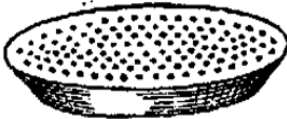
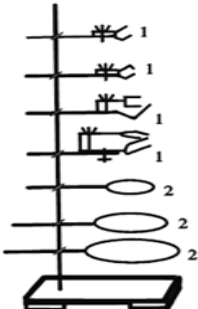



4.	круглодонні колби		для проведення синтезу при підвищених температурах, для перегонки при атмосферному тиску та під вакуумом, і з водяною парою
5.	круглодонна колба для вакуум-перегонки (колба Вюрца)		для перегонки рідин при атмосферному тиску, а також як приймач при відгоні летких розчинників і при перегонці у вакуумі
6.	круглодонна колба для вакуум-перегонки (колба Кляйзена)		при перегонці у вакуумі. У цих колбах, крім відвідної трубки є горловини для капіляра, по якому з атмосфери в колбу надходять бульбашки повітря, чим забезпечується рівномірне кипіння рідини під час перегонки
7.	плоскодонні колби		для зберігання хімічних речовин, а також як приймачі у процесі перегонки при атмосферному тиску та з водяною парою, для приготування реактивів, для проведення простих операцій. Найчастіше їх застосовують для кристалізації
8.	конічна колба (колба Ерленмейера)		Для титрування та як приймачі у процесі перегонки при атмосферному тиску та з водяною парою
9.	колба Бунзена		для фільтрування під вакуумом. Ці колби товстостінні і мають відросток для з'єднання з вакуум-насосом



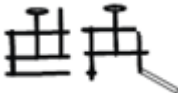



10.	кульковий холодильник (холодильник Алліна)		відносяться до зворотніх, встановлюють тільки у вертикальному положенні, щоб уникнути заповнення кульок конденсатом, який буде заважати правильному відбору фракції. Використовують для охолодження і конденсації пари різних рідин
11.	змієподібний холодильник (холодильник Грехема)		відносяться до прямих холодильників використовують для охолодження і конденсації пари різних рідин
12.	повітряний холодильник		використовують для конденсації рідин, які мають високу температуру кипіння ($T_{\text{кип.}} > 150^{\circ}\text{C}$)
13.	холодильник Лібіха		може використовуватися і як прямий, так і як зворотній. Його застосовують для перегонки рідин з $T_{\text{кип.}} < 150^{\circ}\text{C}$.
14.	дефлегматори		для фракційного розділення різних сумішей
15.	хімічна лійка		для фільтрування і переливання рідин
16.	ділильні лійки		для розділення двох рідин, які не змішуються (наприклад, вода і бензен)

17.	краплинні лійки		для поступового додавання невеликими порціями або краплями одного з компонентів реакційної суміші
18.	лійки зі скляним пористим дном (скляні пористі фільтри)		використовують для фільтрування при зниженому тиску
18.	Алонжі		використовують для відводу дистилату з холодильника в приймач під час перегонки рідини. Алонжі з'єднують з холодильником за допомогою корка або на шліфах
19.	перехідники		для з'єднання посуду з шліфами різних діаметрів
20.	насадки Вюрца та Кляйзена		використовують для обладнання приладу для перегонки, наприклад, до бічної трубки відповідних насадок приєднують холодильник
21.	Крапельниці		використовують для поступового додавання рідин в процесі реакції
23.	скляний бюкс		для зважування агресивних речовин і збереження невеликої кількості реагентів
24.	годинникове скло		для накривання хімічних стаканів при проведенні хімічних синтезів; для висушування речовин, які отримали під час синтезу; як тару для зважування

			невеликої кількості неагресивних речовин
25.	кристалізатор		для охолодження розчинів і збирання газів під водою
26.	ексикатори		для висушування речовин при кімнатній температурі з використанням відповідних висушувачів
27.	апарат Кіппа		для одержання стійкого току газу впродовж тривалого часу
Мірний посуд			
28.	мірний циліндр		не призначені для точного вимірювання об'ємів, їх використовують при приготуванні розчинів приблизної концентрації
29.	Мензурка		для вимірювання приблизних об'ємів рідин, а також використовують для відстоювання мутних рідин, коли залишок осаду накопичується в нижній частині мензурки
30.	градуйована піпетка		для вимірювання точного об'єму невеликої кількості рідини (0,1–20 мл)

31.	піпетка Мора		для відбору чітко необхідного одного об'єму рідини
32.	бюретка		використовується для титрування (додавання рідини по краплям) або для відмірювання рідини з точністю від 0,01 до 0,1 мл
33.	мірна колба з кільцевою міткою		для приготування розчинів точної концентрації
Фарфоровий посуд			
34.	фарфорові стакани		для приготування і збереження хромової суміші, зберігання соди на мийці і т. і.
35.	фарфорова ложка (шпатель)		для набирання реактивів
36.	випарювальна фарфорова чашка		для випарювання і упарювання розчинів
37.	фарфорова лійка (воронка Бюхнера)		для фільтрування при зниженому тиску з паперовим фільтром
38.	ступка з товчачиком		для перетирання і подрібнення не дуже твердих речовин

39.	фарфоровий тигель		для прокалювання речовин
40.	фарфоровий човник для прокалювання		для проведення синтезів в електричних шафах, які можуть бути нагріті до 800–900 °С
41.	фарфоровий трикутник		для встановлення тиглей на кільці металічного хімічного штативу
42.	фарфорова сітка для ексикаторів		для розміщення в ексикаторі тиглей з речовиною
Металеve обладнання			
43.	металічний лабораторний штатив: 1 – муфти («лапки»); 2 – кільця		для закріплення посуду під час роботи за рахунок «лапок» і кільць
44.	тримач для пробірок		для утримання пробірок під час нагрівання
45.	пінцет		використовують для взяття наважок терезів
46.	тигельні шипці		для утримання тиглю або випарувальної чашки

47.	хірургічні щипці		для утримання випарувальної чашки
48.	затискач Мора		для регулювання швидкості витікання рідини у безкранових бюретках на гумовій трубці
49.	затискач Гофмана		для поділу зконденсованої рідини в процесах дистиляції та ректифікації
50.	азбестова сітка		при нагріванні скляного посуду
51.	тренога		для утримання випарувальної чашки під час нагрівання
52.	штативи металеві		для утримання пробірок та підігрівання пробірок на водяній бані

В хімічних лабораторіях кафедри аналітичної та токсикологічної хімії є наступні прилади: спектрометр атомно-абсорбційний Сатурн-2 з комплексом для електротермічної атомізації Графіт-2; УВІ-спектрофотометр СФ-56 однопроменевий; приставка дифузного відбиття ПДО-6; приставка дзеркального відбиття; реєструючий спектрофотометр Specord UV VIS; фотоелектроколориметри КФК-2; апарат для струшування АБУ-6С термостат ТПС; магнітна мішалка; рН-метр 150 ММ; іоніметри І-130 з ІСЕ – Na, K, NH₄⁺; рефрактометр УРЛ-1; термостат з водяною банею; мікроскоп лабораторний XS 2610; мікроскоп МВ; кондуктометр (з комплекту польської лабораторії); титратор високочастотний лабораторний ТВЛ-6; полярограф ПУ-1; ваги технохімічні; ваги аналітичні ВЛР-200; ваги електронні лабораторні ВТУ210D АХІС; дистилятор ДЭ-5; лабораторна сушарка КБЦ-65; лабораторна

центрифуга МПБ310; шкаф сушильний КВСГ-100/250; лабораторні столи, витяжні шафи.

1.5. Порядок виконання та загальні вимоги до оформлення лабораторних робіт

Всі лабораторні роботи починаються з допуску до лабораторної роботи та проходження вступного інструктажу з техніки безпеки, після чого кожна бригада студентів одержує завдання. Кожен студент повинен під час виконання роботи вести власний лабораторний журнал, в який заноситься уся поточна інформація, починаючи з дати виконання, назви лабораторної роботи, кліматичних умов в лабораторії (температура, вологість, тиск), завдання для виконання (має бути обов'язково підписане викладачем). Усі дані заносяться в журнал розбірливо, величини мають бути пояснені, завжди необхідно виписувати літературу, з якої отримують певні величини – це привчає до порядку в лабораторії та дозволяє виключити помилки при оформленні завершеної роботи.

Результати вимірювань, а також довідникові та вихідні дані зводять у таблиці для полегшення сприйняття.

Графіки будують на міліметровому папері або за допомогою графічного редактора Microsoft Excel з точним позначенням величин та одиниць їх вимірювання на осях координат, наводять ціну поділки на осях.

Також в лабораторному журналі наводять реагенти, посуд, тип та марку приладів, на яких проводились вимірювання. Отримані результати студенти мають обов'язково продемонструвати викладачу, який має їх підписати. Наприкінці лабораторного заняття студенти повинні здати викладачу на перевірку повністю оформлені протоколи, які мають містити наступні структурні елементи:

- назва лабораторної роботи;
- мета та завдання роботи;
- перелік обладнання та реактивів, які використовувались у роботі;
- короткі теоретичні відомості;
- методика виконання роботи (можлива схема);
- одержані результати і проведені розрахунки;
- висновки (якщо необхідно);
- список використаної літератури (перелік посилань).

Оформлювати протоколи виконаних робіт необхідно у відповідності до вимог ДСТУ 3008–95 «Документація. Звіти у сфері науки і техніки. Структура і правила оформлення». Рисунки і таблиці необхідно подавати в роботі безпосередньо після тексту, де вони згадані вперше, або на наступній сторінці.

Ілюстрації позначають словом “Рис.” і нумерують послідовно в межах розділу, за винятком ілюстрацій, поданих у додатках. Номер ілюстрації повинен складатися з номера розділу і порядкового номера ілюстрації, між якими ставиться крапка, наприклад: Рис. 1.2 (другий рисунок першого розділу). Номер ілюстрації, її назва і пояснювальні підписи розміщують послідовно під ілюстрацією. Якщо в роботі подано одну ілюстрацію, то її нумерують за загальними правилами.

Таблиці нумерують послідовно (за винятком таблиць, поданих у додатках) в межах розділу. В правому верхньому куті над відповідним заголовком таблиці розміщують напис “Таблиця” із зазначенням її номера. Номер таблиці повинен складатися з номера розділу і порядкового номера таблиці, між якими ставиться крапка, наприклад: “Таблиця 1.2” (друга таблиця першого розділу). Якщо в роботі одна таблиця, її нумерують за загальними правилами. При перенесенні частини таблиці на інший аркуш (сторінку) слово “Таблиця” і номер її вказують один раз справа над першою частиною таблиці, над іншими частинами пишуть слова “Продовж табл.” і вказують номер таблиці, наприклад: “Продовж. табл.1.2”.

При використанні формул необхідно дотримуватися певних правил. Найбільші, а також довгі і громіздкі формули, котрі мають у складі знаки суми, добутку, диференціювання, інтегрування, розміщують на окремих рядках. Це стосується також і всіх нумерованих формул. Для економії місця кілька коротких однотипних формул, відокремлених від тексту, можна подати в одному рядку, а не одну під одною. Невеликі і нескладні формули, що не мають самостійного значення, вписують всередині рядків тексту. Пояснення значень символів і числових коефіцієнтів треба подавати безпосередньо під формулою в тій послідовності, в якій вони наведені у формулі. Значення кожного символу і числового коефіцієнта треба подавати з нового рядка. Перший рядок пояснення починають зі слова “де” без двокрапки. Рівняння і формули треба виділяти з тексту вільними рядками. Вище і нижче кожної формули потрібно залишити не менше одного вільного рядка. Якщо рівняння не вміщується в один рядок, його слід перенести після знака рівності (=), або після знаків плюс (+), мінус (-), множення.

Хід роботи

Правила поведінки в хімічній лабораторії та техніка безпеки при проведенні хімічного експерименту

1. Ознайомитися з основними правилами техніки безпеки при проведенні хімічного експерименту.

2. Поставити підпис в журналі з техніки безпеки у відповідній лабораторії, де проводять навчальну практику з техніки лабораторного експерименту.
3. Законспектувати в лабораторному зошиті:
 - основні правила техніки безпеки в лабораторії при проведенні хімічного експерименту;
 - запобіжні заходи при роботі зі скляним хімічним посудом;
 - запобіжні заходи при роботі з кислотами та лугами;
 - запобіжні заходи при роботі з особливо небезпечними, токсичними, легкозаймистими і вогненебезпечними речовинами;
 - першу допомогу при нещасних випадках.
 - особливості гасіння місцевої пожежі.

Обладнання та оснащення лабораторії

(кожній групі студентів надається різноманітний посуд для ознайомлення)

1. Ознайомтесь з основним лабораторним скляним, фарфоровим
2. посудом, металічними приладами.
3. Замалювати в лабораторному журналі основний лабораторний скляний, фарфоровий посуд, металічні прилади, які надані групі студентів для ознайомлення. Вкажіть основне призначення та опис лабораторного скляного, фарфорового посуду, металічних приладів (див. таблицю). Результати надайте в вигляді таблиці.

Таблиця 2

Лабораторний скляний, фарфоровий посуд та металічні прилади, надані для ознайомлення

№ з/п	Рисунок (або ксерокс)	Назва посуду або приладів	Основне призначення	Примітка або опис

У кінці лабораторного заняття зробити висновок, чому під час деяких хімічних експериментів використовують скляний хімічний посуд, а в інших – фарфоровий посуд і які їх переваги.

Питання для самоконтролю

1. Для чого призначені лабораторії?
2. Основні вимоги до приміщення лабораторії та її оснащення.
3. Вимоги до робочого місця лаборанта.
4. Роль правильного ведення документації в роботі кожного лаборанта.

5. Основні правила безпеки та особистої гігієни під час роботи в лабораторіях із шкідливими й токсичними речовинами.
6. Правила поведінки в лабораторії.
7. Що категорично забороняється робити у лабораторії?
8. Які вам відомі основні правила техніки безпеки в лабораторії при проведенні хімічного експерименту?
9. Які вам відомі особливості роботи зі скляним хімічним посудом?
10. Які вам відомі особливості роботи з кислотами та лугами?
11. Як провести першу допомогу при термічних хімічних опіках?
12. Які ваші дії при виникненні місцевої пожежі?
13. Які засоби протипожежної безпеки повинні бути в лабораторії?
14. У яких випадках не можна застосовувати воду для гасіння пожежі?
15. Як здійснюється вентиляція лабораторного приміщення?
16. Які заходи першої медичної допомоги застосовують у разі опіків кислотами і лугами?
17. У чому особливості безпеки під час роботи в медичних лабораторіях?
18. Які види вимірювального посуду вам відомі?
19. Яке призначення кожного виду посуду?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 2

Лабораторний посуд та догляд за ним

Матеріальне забезпечення

Мірні колби об'ємом 50, 100, 200, 250, 500, 1000, 2000 см³; піпетки градуйовані на 1, 2, 5, 10, 25 см³; мікропіпетки на 0,1; 0,2 см³; мікробюретки на 1 і 2 см³; металевий штатив з кільцями.

Механічні й фізичні засоби для миття посуду: вода, пара.

Хімічні засоби для миття посуду: хромова суміш, суміш хлороводневої кислоти і пероксиду водню, розчини лугів, сірчана кислота, органічні розчинники, мийні засоби.

Навчальна мета

Знати:

1. Правила заповнення градуйованих піпеток, мікропіпеток, капілярних піпеток, бюреток, мікробюреток.
2. Правила заповнення забарвленими розчинами піпеток, бюреток.
3. Способи миття лабораторного посуду.
4. Правила роботи з хромовою сумішшю.
5. Способи сушіння лабораторного посуду.
6. Способи стерилізації лабораторного посуду.

Уміти:

1. Заповнювати піпетки, бюретки досліджуваними розчинами.
2. Перевіряти чистоту мірних колб, піпеток, бюреток.
3. Мити лабораторний посуд.
4. Сушити лабораторний посуд.
5. Стерилізувати лабораторний посуд.
6. Виготовляти стійкі етикетки.

План проведення заняття

1. Лабораторний посуд та матеріали для його виготовлення.
2. Способи миття лабораторного посуду.
3. Миття лабораторного посуду хромовою сумішшю та сумішшю Комаровського.
4. Перевірка чистоти посуду за методом Болотова.
5. Стерилізація лабораторного посуду.
6. Техніка роботи з мірним посудом.

Лабораторний посуд та матеріали для його виготовлення

В хімічній аналітичній лабораторії користуються, як правило, посудом зі спеціального скла (в тому числі кварцового), фарфору (парцеляни) і пластику.

Скло як матеріал для виготовлення лабораторного посуду та пристроїв. Переважна кількість лабораторного посуду є скляним посудом. Скло – це цінний конструктивний матеріал для виготовлення лабораторного посуду і приладів для хімічних досліджень. Прозорість скла дозволяє безпосередньо слідкувати за протіканням процесів у реакційній посудині, а гладкість поверхні скла полегшує його миття. Недоліком скла є його крихкість, відносно мала стійкість до перепадів температури, а інколи і нестійкість щодо деяких агресивних хімічних сполук (концентрованих лугів, фосфорної і фтористоводневої (плавикової) кислот та ін.). Для виготовлення лабораторного скла використовуються спеціальні сорти скла, які на противагу посуду, який виготовлений зі звичайного скла, значно хімічно- і термостійкіші. **Під хімічною стійкістю** розуміють здатність скла протидіяти руйнівній дії води, кислот, лугів та інших хімічних реагентів, згідно з якою скло поділяється на такі класи: ХС1 – хімічно стійке 1-го класу; ХС2 – хімічно стійке 2-го класу; ХС3 – хімічно стійке 3-го класу; ТХС1 – термічно і хімічно стійке 1-го класу; ТХС2 – термічне і хімічно стійке 2-го класу; ТС – термічно стійке.

Термічна стійкість скла – це здатність скляного посуду витримувати без руйнування різні коливання температури. Максимальна різниця температур, яку витримує скло (не руйнується) і є величиною його термічної стійкості. **За термостійкістю скло прийнято ділити на групи в залежності від їх коефіцієнта лінійного теплового розширення (КЛТР) в інтервалі температур 20–300 °С.** Перша група – скло з КЛТР $(70–90) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ – скло ХС1 марки № 23, тюрінгенське (відносно легкоплавке), друга група – КЛТР лежить в межах $(50–65) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ – скло молібденове, ДГ-2 (Дружна гірка-2), «сіал» (ЧССР), «йенатерм» (НДР) (скло легко піддається складувній обробці, підвищена термостійкість), третя група – КЛТР лежить в межах $(38–49) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ – висококрем'янисте, малолугове, боросилікатне, (висока термостійкість), четверта група – КЛТР лежить в межах $(5–7) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ – кварцове (особливо висока термостійкість). В цих залежностях К – це абсолютна температура (градуси Кельвіна, $K = ^\circ\text{C} + 273,16$).

Кварцове скло. Цьому типу скла притаманна висока стійкість до дії високих температур і температурних перепадів. Для прозорого кварцового скла КЛТР дорівнює $5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. Посуд з цього скла можна нагрівати на полум'ї і зразу ж охолоджувати. Відомі два види кварцового скла: прозорий кварц, який отримують з плавленого кристалічного кварцу, а також непрозорий кварц (молочно- матовий), який отримують з чистого кремнієвого піску. Мутність

останнього викликана великим вмістом бульбашок повітря. Вироби з прозорого кварцу пропускають світло як видимої області, так і частину (ближню) ультрафіолетового спектру (довжина хвилі до 190 нм). Кварцове скло розм'якшується при температурі більше 400 °С, а розстікування відбувається при температурі більше 1100 °С. Кварцове скло має найвищу у порівнянні з іншими видами скла, хімічну стійкість до води та кислих (агресивних) реагентів. В той же час при високих температурах кварцове скло руйнується лугами, карбонатами лужних металів та оксидами металів. При цьому вироби з нього при охолодженні розтріскуються. Слід мати на увазі те, що фосфорна і фтористоводнева кислоти руйнують кварц. Крім того, кварцове скло більш крихке, ніж звичайне скло. Посуд з кварцового скла (пробірки, стакани, чаші, тиглі та ін.) використовується для роботи з кислими і нейтральними речовинами при температурах до 1000 °С.

Пластик. Для виготовлення пластикового хімічного посуду та пристроїв використовується ряд полімерів – матеріалів, які здатні під впливом нагрівання і тиску формуватися і потім зберігати надану їм форму. Полімери у своїй більшості мають малу термостійкість, але значну хімічну стійкість, тому їх використовують, в основному, для роботи з холодними середовищами. Слід відмітити, що саме полімерний (пластиковий) посуд стійкий до фосфорної і фтористоводневої кислоти, що не притаманно звичайному та кварцовому склу. В таблиці наведені відомості про властивості пластмас, які найбільш часто використовуються для виготовлення хімічного лабораторного посуду і пристроїв (табл. 2).

Таблиця 3

Термічна та хімічна стійкість деяких пластмас

Полімер	Температура розм'якшування, °С	Стійкість в різних середовищах*					Розчинник
		вода	луги	кислоти	окиснювачі	органічні розчинники	
Полівінілхлорид (виготовляють деякі види лабораторного посуду, шланги, покриття для лабораторних столів)	80–100	С	С	С	С	УС	Циклогексан

Поліетилен (виготовляють циліндри, стакани, лійки, тару (зокрема для зберігання фосфорної та фтористоводневої кислот), корки, шланги, прокладки та ін.)	105–180	С	С	С	С	НС	Ароматичні вуглеводи при нагрівання
Політетрафторетилен (фтороплат–4, тефлон) (виготовляють стакани, чаші, крани, корки, засуви для мішалок тощо)	330	С	С	С	С	С	Специфічні розчинники
Полістерол (виготовляють тару для зберігання, в основному, фтористоводневої кислоти)	90–120	С	С	С	НС	НС	Ароматичні вуглеводи, кетони, етери, альдегіди

*Примітка: С – стійкий; УС – в певних умовах піддається дії середовища; НС – нестійкий

Фарфоровий лабораторний посуд. Фарфор (парцеляна) – це штучно виготовлений мінеральний матеріал з каоліну (білої чи світлозабарвленої глини) і різних домішок (кварцу, польового шпату та ін.). Основна перевага фарфору у порівнянні зі склом – термостійкість та механічна міцність. Фарфор без покриття поливою витримує нагрівання до 300 °С, а покритий поливою – до 1200 °С. У фарфору КЛТР приблизно як у скла «пірекс» – висока термостійкість (третья група за термостійкістю). Тонкостінний фарфоровий посуд витримує різні перепади температури і тому може бути використаний для нагрівання речовин на відкритому полум'ї. Але вироби з фарфору необхідно розігрівати поступово, не підвищувати різко температуру, розігрітий фарфоровий посуд не брати холодними щипцями і не ставити на холодну підставку. Упарювання у фарфоровому тиглі (кухлі) необхідно виконувати на водяній чи піщаній бані або на азбестовій сітці. Всі фарфорові вироби, які використовують для нагрівання та зберігання рідин, покриті зсередини поливою. Звичайна полива за складом приблизно відповідає склу з високим

вмістом SiO_2 і Al_2O_3 . Тому її стійкість до гарячих кислот майже така ж, як у кварцового скла. Проте, концентровані розчини лугів при нагріванні руйнують поливу і фарфор, як і фосфорна та фтористоводнева кислоти. Для нагрівання та проведення простих операцій використовують фарфорові стакани; випарювання рідин і кристалізації речовини – кухлі та каструлі; сплавлення, спікання і прокалювання – тиглі.

Існують також інші матеріали для проведення хімічних досліджень, але вони використовуються в спеціальному аналізі. Так, наприклад, лабораторний посуд і вироби з **платини** використовуються для аналізу силікатів, мінералів, гірських порід, в електрохімії тощо. Застосування такого посуду і приладів з платини визначається тим, що температура плавлення платини $1769\text{ }^\circ\text{C}$. Для підвищення міцності платини до неї додають невелику кількість іридію або радію.

Способи миття лабораторного посуду

Відразу після використання лабораторного посуду необхідно знешкодити (за потреби) та видалити з нього залишки речовин (помити). При знезараженні та митті посуду необхідно користуватися гумовими рукавицями, фартухом, за необхідності захисними окулярами. Як правило, миття лабораторного посуду здійснюється в лабораторних мийках (раковинах). Але для знешкодження токсичних речовин, посуд необхідно мити у лабораторній мийці під витяжною шафою або у спеціальній шафі для миття посуду. Для миття великої кількості лабораторного посуду необхідно виділити ізольоване приміщення – мийну.

Для вибору способу миття в кожному окремому випадку необхідно знати властивості речовин, які забруднюють посуд, їх розчинність в холодній і гарячій воді, в розчинах кислот і лугів, або органічних розчинниках, здатність окислюватися з утворенням водорозчинних сполук тощо. Новий посуд перед використанням повинен бути вимитий гарячою водою. Скляний посуд вважається чистим тільки в тому випадку, коли вода рівномірно змочує всю поверхню посуду і не залишає крапель на внутрішніх стінках і тим більше наліту будь-яких речовин або осаду.

Миття водою. Миття теплою водою за допомогою щітки або йоржика ефективно у тих випадках, коли речовини, що забруднюють посуд, розчинні у воді (якщо посуд не забруднений нерозчинними у воді речовинами (жир, смола та ін.). Якщо на стінках після цього залишається наліт яких-небудь солей або осад, то його зчищають щіткою або йоржем. При цьому слід бути обережним, щоб не пробити дно і стінки посуду кінцем йоржа (для цього на нього надівають шматок гумового шланга). Для механічного очищення посуду щітками існують спеціальні пристрої та мийні машини. Вимитий посуд ополіскують 2–3 рази дистильованою водою.

Миття з використанням мийних засобів. Для видалення забруднень органічного походження, які не розчиняються у воді, особливо жирних і смолистих речовин, рекомендується використовувати різні мийні засоби: розчини господарського мила, пральних порошків та паст, соди, фосфату натрію. В якості миючих засобів широко застосовують поверхнево-активні речовини (ПАР), які здатні адсорбуватися на поверхні і в наслідок чого знижують адгезію (прилипання) забруднюючих речовин, які не розчиняються у воді. Миючими властивостями володіють також солі, гідроліз яких супроводжується утворенням лужного середовища, зокрема натрію фосфат (Na_3PO_4), натрію гексаметафосфат ($\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$) та ін. Добрим миючим засобом є розчин 75-100 г Na_2CO_3 в 1 дм³ води. Використовувані дрібні деталі приладів і посуду рекомендується прокип'ятити в мильному розчині, а потім сполоснути гарячою водою. Мильний розчин можна використовувати кілька разів.

Миття парю. Якщо посуд не відмивається водою, то застосовують пару. В цьому випадку посуд миють звичайним способом, а потім пропарюють за допомогою спеціальних пристроїв (рис.5). Миття посуду струменем пари – трудомісткий процес, але коли необхідний особливо чистий посуд, його попередньо миють звичайним способом, пропарюють, а потім, не перевертаючи, висушують. Для рівномірного і спокійного кипіння в колбу з водою, яку наливають до половини, кладуть «кип'ятилки» (скляні капіляри, шматочки фарфору, фаянса, туфа та ін).

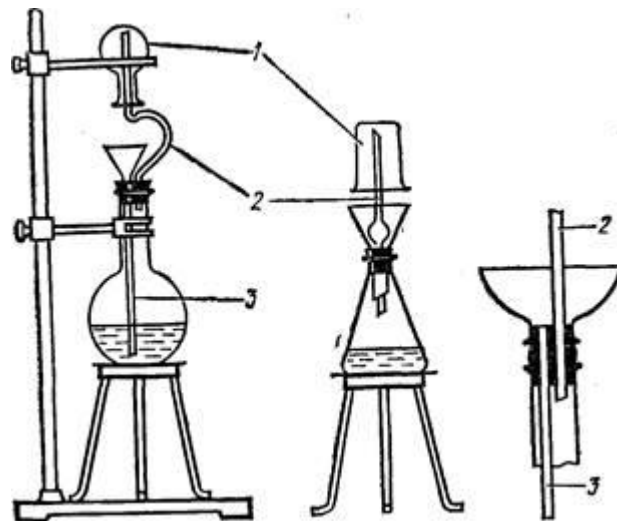


Рис. 5. Пристрої для пропарювання лабораторного посуду:

- 1 – посуд, яка очищується;
- 2 – трубка для пари;
- 3 – трубка для стікання сконденсованої води.

Хімічні методи очищення посуду

Погано розчинні у воді забруднювачі можна перевести в розчинну форму. Так, наприклад BaSO_4 при обробці концентрованою H_2SO_4 переходить у розчинну сполуку $\text{Ba}(\text{HSO}_4)_2$; AgCl при обробці водним розчином аміаку утворює водорозчинну сполуку $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2] \text{Cl}$ та ін. Забруднення лужного характеру відмивають розбавленими кислотами, а кислотні – водними розчинами аміака, карбонатів лужних металів та ін. Для очистки посуду, який забруднений органічними речовинами, як вже відмічалось, застосовують сильні окиснювачі: солі хромової і марганцевої кислот, водню перексид, HNO_3 і H_2SO_4 та ін.

Миття хромовою сумішшю. Хромовою сумішшю відноситься до найефективніших мийних засобів, її дія ґрунтується на окисненні забруднень з утворенням розчинних сполук. Хромовою сумішшю складається з калію дихромату і концентрованої сульфатної кислоти (5-9 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ або $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ на 100 см³ концентрованої H_2SO_4). Ця сумішшю у результаті реакції $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{CrO}_3 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$ містить деяку кількість хрому(VI) оксиду – більш сильного окисника, ніж дихромат калію і концентрована сульфатна кислота. Сумішшю руйнує більшість органічних речовин і перетворює плівки та плями оксидів і інших сполук металів у добре розчинні у воді гідросульфати і гідрохромати. Обробку посуду проводять у витяжній шафі, тому що сумішшю виділяє отруйний і леткий оксид CrO_3 . Хромову сумішшю можна використовувати багаторазово до втрати її властивостей, тому її виливають не у раковину, а в спеціальний посуд і зберігають у певному місці. Свіжа хромовою сумішшю має темно-оранжевий колір. Після багаторазового використання вона втрачає свої окисні властивості й набуває темно-зеленого забарвлення, що свідчить про необхідність її заміни.

Існує кілька рецептів приготування хромової сумішшю:

1. До розчину 92 г здрібненого $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в 458 см³ дистильованої води при безперервному перемішуванні поступово додають ще 800 см³ концентрованої H_2SO_4 .
2. До 100 см³ концентрованої H_2SO_4 при енергійному перемішуванні поступово додають 9,9 г подрібненого $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
3. До 100 см³ концентрованої H_2SO_4 при енергійному перемішуванні поступово добавляють 10 г 50 %-го водного розчину $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
4. Розчиняють 15 г подрібненого $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в 100 см³ гарячої води. Розчин охолоджують і при безперервному перемішуванні по краплинам додають до 100 см³ концентрованої H_2SO_4 .
5. Розчиняють 200 г подрібненого $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в 1 дм³ концентрованої HNO_3 . Нітратнокисла хромовою сумішшю більш стійка, ніж сульфатнокисла, а по миючим властивостям переважає її.

Хромову суміш слід зберігати у товстостінному посуді з широкою шийкою, який щільно накривають товстою скляною пластинкою, щоб уникнути виділення їдкою і леткого CrO_3 та поглинання вологи з повітря.

Обробку посуду хромовою сумішшю слід проводити під тягою, в захисних рукавицях і окулярах. **Користуватись хромовою сумішшю потрібно обережно, оскільки суміш може спричинити сильні опіки.** Якщо хромовою суміш потрапила на шкіру, необхідно це місце промити великою кількістю води, потім розчином NaHCO_3 . Спочатку механічно виводять грубі забруднення: миють йоржами, струшують з 2–5 %-ним розчином NaOH і шматочками фільтрувального паперу. Колби і стакани обережно споліскують невеликим об'ємом хромової суміші, яку потім повністю виливають назад в посуд для зберігання. Дрібний посуд повністю занурюють у хромову суміш на 15–20 хв, після чого його виймають і старанно промивають водою і потім декілька разів ополіскують дистильованою водою. При митті піпеток хромову суміш набирають у них за допомогою гумової груші, або замочують. Після обробки лабораторного посуду хромовою сумішшю необхідно її відмити від сполук хрому. Ефективним засобом у цьому випадку є застосування специфічних комплексонів. Так, наприклад, посуд після промивання хромовою сумішшю і водою ще на 2 год поміщають в 1 %-ий розчин Na-EDTO (динатрієвої солі етилендіамінтетраоцетової кислоти, трилону Б) і 2 %-ий NaOH . Потім посуд ополіскують водопровідною і дистильованою водою.

Миття KMnO_4 . Ефективним засобом для миття посуду є **4 %-ий розчин KMnO_4 в кислому середовищі.** В посуд, попередньо вимитий гарячою водою за допомогою йоржа, наливають розчин KMnO_4 і тонким струменем додають концентровану H_2SO_4 з розрахунку 3–5 cm^3 на 100 cm^3 розчину KMnO_4 . При цьому відбувається нагрівання, що сприяє швидкому окисленню забруднень. Відпрацьований розчин виливають і вдруге не використовують.

Якщо після обполіскування водою на стінках посуду з'являється бурий наліт MnO_2 , то його видаляють 5 %-им розчином щавлевої кислоти або гідросульфїту натрію.

Миття сумішшю соляної кислоти і перекису водню. Дуже зручним і доступним окисником є суміш **Комаровського, яка складається із рівних об'ємів 6 М розчину HCl і 5–6 %-ого розчину перекису водню.** Ця суміш дуже ефективна, особливо при незначному нагріванні. При цьому вона не впливає на скло на відміну від хромової і розчину KMnO_4 . Після обробки сумішшю посуд миють водою.

Миття сірчаною кислотою і розчинами лугів. Якщо посуд забруднений смолистими речовинами, і в тих випадках, коли немає хромової суміші, його можна мити концентрованою H_2SO_4 або концентрованим розчином лугу (до

40 %) КОН чи NaOH. Тривалість обробки кислотою або лугом залежить від особливості смоли.

Миття органічними розчинниками. У певних випадках для видалення жирних, смолистих та інших органічних речовин, які не розчинні у воді, використовують органічні розчинники (етери, ізопропиловий спирт, бензин та ін.). При цьому необхідно враховувати вогненебезпеку органічних розчинників і роботу з ними проводити тільки подалі від відкритого вогню, у витяжній шафі. Посуд, який помитий органічними розчинниками, ще миють теплою водою з милом або іншими миючими засобами, а вже потім ополіскують дистильованою водою, після чого обробляють хромовою сумішшю або іншими окиснювачами.

Останнім часом для миття лабораторного посуду стали застосовувати ультразвук, який справляє диспергуючу дію на забруднення: останні легко відстають від скла і змиваються струменем води. В присутності миючих засобів дія ультразвуку посилюється.

Стерилізація

Стерилізація кип'ятінням здійснюється за допомогою електророзчинників і дистильованої води протягом 45 хв.

Стерилізація сухим гарячим повітрям здійснюється в спеціальних сухожарових шафах (температура 200 °С).

Стерилізація паром під тиском здійснюється в парових стерилізаторах (автоклавах).

Газова стерилізація здійснюється газовою сумішшю (суміш етилену оксиду з метилбромідом).

Хімічна стерилізація здійснюється антисептичними речовинами (6 % розчин пероксиду водню, 96 % етилового спирту, розчин первомуру – суміші пероксиду водню та мурашиної кислоти).

Перевірка чистоти посуду

Методом контролю чистоти відмитої скляної та кварцової поверхні є спостереження за поведінкою на ній водяної плівки. Якщо поверхня вільна від домішок гідрофобних речовин (малорозчинні, не взаємодіючі з водою речовини), то водяна плівка розподіляється тонким рівномірним шаром, змочуючи всю поверхню посудини без розривів у водяній плівці. Забруднена поверхня змочується водою нерівномірно, окремими ділянками. Мінімальна кількість виявлених цим візуальним методом забруднень становить $1 \cdot 10^{-7} \dots 1 \cdot 10^{-5}$ г/см².

Більш чутливим є **метод розпилення чистої води** на відмиту поверхню за допомогою пульверизаторів. При відсутності гідрофобних забруднень дрібні крапельки води будуть змочувати поверхню і покривати її суцільною водяною плівкою. У місцях же забруднень буде спостерігатися скупчення крапель. Метод дозволяє виявити $2 \cdot 10^{-8} \dots 3 \cdot 10^{-7}$ г/см² гідрофобної речовини.

Перевірка чистоти лабораторного посуду за методом Болотова. Для перевірки готують суміш: у 70 мл нагрітого до 60 °С 90 % етилового спирту розчиняють 0,2 г барвника судану-3 або 0,2 г метиленового синього, додають 10 мл 20 % розчину аміаку і 10 мл води і все ретельно перемішують. У посуд наливають суміш Болотова, омивають нею стінки, а потім виливають назад у посудину. Якщо на стінках посуду є плями, то він недостатньо вимитий. Після перевірки суміш ретельно змивають водою.

Сушіння хімічного посуду

Вимитий лабораторний посуд повинен бути висушений. Розрізняють методи холодного (без нагрівання) та гарячого сушіння (при нагріванні).

Метод холодного сушіння

Сушіння посуду на повітрі проводять, використовуючи спеціальні (розташовані звичайно над раковиною) дошки з нахиленими кілочками. Висушений посуд не повинен зберігатися на кілочках, оскільки він може запилитися. Щоб запобігти забрудненню посуду під час сушіння, краще користуватися столами для сушіння. Це звичайний стіл, в кришці якого прорізані отвори різного діаметра.

Швидко посуд можна висушити продуванням повітря, краще підігрітого. Для цього усередину посуду вводять скляну трубку, яка з'єднується з повітряною лінією або лабораторною повітродувкою. Час сушіння можна значно скоротити, якщо перед продуванням повітрям сполоснути посуд невеликою кількістю ацетону або ефіру.

Мілкий скляний лабораторний посуд можна висушити у вакуум-ексикаторі, який заповнений висушеним силікагелем або цеолітами, безводними CaCl_2 , $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$, P_4O_{10} та ін.

Методи сушіння при нагріванні

Посуд можна швидко висушити в сушильній шафі. Рекомендована температура 100–120 °С. Звичайно посуд ставлять у сушильну шафу після того, як з нього стече вода. В сучасних сушильних шафах з піддувом повітря посуд висихає за кілька хвилин. Для робіт, які пов'язані з використанням цілковито безводних речовин, посуд потрібно потримати на полум'ї пальника або прогріти в сушильній шафі при температурі до 200 °С не менше години.

Після сушіння посуд потрібно прибрати у закриті ящики стола. Великий посуд закривають пробками, ватними тампонами або фільтрувальним папером.

Гаряча сушка проводиться у спеціальних сушильних шафах при 100–120 °С. Посуд поміщають у таку шафу після того, як він деякий час постояв перевернутим, щоб стекли залишки води. Щоб посуд не забруднювався, висувні полиці сушильної шафи покривають фільтрувальним папером. Після відключення сушильної шафи посуд залишають повільно охолоджуватися, не виймаючи його з шафи, щоб він не запотів.

Найшли використання для висушування лабораторного посуду також інфрачервоні лампи. Інфрачервоні промені з довжиною хвилі 1-3 мкм викликають сушіння посуду при більш низькій температурі і швидше, ніж звичайне нагрівання.

Техніка роботи з мірним посудом

Мірний посуд (пробірки, піпетки, пікнометри, бюретки, колби, мензурки, циліндри) – призначений для вимірювання об'єму рідин, визначення густини речовин або приготування розчинів певної концентрації. **Заборонено використовувати мірні колби для зберігання розчинів.**

Місткість вимірювальних посудин не завжди точно відповідає напису біля відповідної позначки. Тому необхідно перевірити їхню справжню місткість. Таку перевірку називають **калібруванням мірного посуду**.

Як відомо, за одиницю маси об'єму прийнято справжній літр, тобто об'єм, який займає 1 кг чистої води за температури 4 °С, зваженої в безповітряному просторі. Під час перевірки вимірювального посуду зважують воду за температури 20 °С і на повітрі. Тому після зважування мають бути внесені відповідні поправки: на зміну густини води і місткості самого вимірювального посуду із зміною температури та на втрату маси тіла в повітрі. Природно, що такі розрахунки потребують часу, і це пов'язано з певними труднощами. Тому під час калібрування мірного посуду користуються таблицями, в яких указано, скільки дистильованої води певної температури треба відважити в повітрі за нормального атмосферного тиску (760 мм), щоб ця вода зайняла об'єм, що його займає 1 л води за температури 20 °С.

Якщо барометричний тиск нижчий від нормального, то на кожний міліметр різниці додають поправку. Якщо барометричний тиск вищий за нормальний, то поправку слід відняти.

Техніка роботи з піпетками

1. Вимийте піпетку хромовою сумішшю.
2. Витріть піпетку зовні кусочком фільтрувального паперу.

3. Видуйте гумовою грушею краплю води, що залишилася в кінчику.
4. Сполосніть декілька разів піпетку невеликою кількістю розчину: для цього втягніть у піпетку небагато розчину, вийміть піпетку з розчину і, тримаючи горизонтально, повертайте й нахиляйте її то в один, то в інший бік так, щоб розчин промив усі внутрішні стінки.
5. Вилийте розчин з піпетки в раковину.
6. Випустивши з гумової груші повітря, приєднайте її до верхнього кінця піпетки.
7. Наповніть піпетку рідиною так, щоб її рівень піднявся вище від позначки.
8. Зніміть гумову грушу з верхнього кінця піпетки.
9. Закрийте швидко вказівним пальцем отвір піпетки, не даючи витекти рідині.
10. Вийміть нижній кінець піпетки з рідини і витріть зовні шматочком фільтрувального паперу.
11. Тримайте піпетку строго вертикально, підніміть її так, щоб позначка була на рівні очей.
12. Послабте натиск пальця на верхній отвір піпетки, щоб рідина повільно витікала.
13. Закрийте пальцем верхній отвір, коли нижня частина меніска рідини торкнеться позначки.
14. Вилийте рідину з піпетки в посудину (2 способи):
 - а) торкніться нижнім кінцем піпетки до стінки посудини, в яку треба вилити рідину, і підніміть палець, давши рідині вільно витекти з піпетки. Коли вільне витікання рідини припиниться, кінцем піпетки торкайте до стінки посудини протягом 15 с, злегка повертаючи її, потім вийміть піпетку. Не видуйте той стовпчик рідини, який залишиться в кінчику піпетки;
 - б) тримайте піпетку близько до стінки посудини, дайте рідині вільно витекти з піпетки. Торкніться кінчиком піпетки до стінки посудини, затисніть верхній отвір вказівним пальцем, а лівою рукою тримайте розширену частину піпетки. Від тепла руки повітря всередині піпетки нагрівається і розширюється, а залишок рідини в кінчику піпетки витікає.

Дотримуйтесь одного й того самого способу виливання [рідини під час роботи з піпеткою!]
15. Не кладіть піпетку на стіл під час роботи.
16. Промийте піпетку проточною водою після закінчення роботи.
17. Сполосніть піпетку дистильованою водою і помістіть її в спеціальний штатив або ящик лабораторного стола.

Техніка роботи з бюретками

1. Помийте акуратно бюретку хромовою сумішшю (ст. 49).
2. Сполосніть 3–4 рази дистильованою водою і 3 рази невеликими порціями розчину, яким вона заповнюється.
3. Закріпіть бюретку в металевому штативі лапками у строго вертикальному положенні.
4. Вкладіть у бюретку маленьку лійку.
5. Заповніть бюретку розчином дещо вище від верхньої позначки.
6. Відкрийте кран або затискач так, щоб кінчик бюретки заповнився розчином і з неї вийшли всі бульбашки повітря.
7. Витісніть з кінчика бюретки повітря. Для цього зігніть каучукову трубку, підніміть догори кінчик бюретки і відкрийте затискач. Бульбашка швидко підніметься вгору і вийде. Якщо в бюретці є кран, то різко його відкрийте і пустіть великий струмінь розчину за допомогою гумової груші.
8. Вийміть з бюретки маленьку лійку.
9. Помістіть лист білого паперу за бюретку (на його фоні краще видно поділки). Око спостерігача повинно бути на рівні меніска рідини.
10. Доведіть рівень рідини в бюретці до нульової точки.
11. Проводьте відлік під час робіт із незабарвленими розчинами по нижньому краю меніска, а із забарвленими розчинами – по верхньому краю меніска.
12. Проводьте кожне титрування, заповнивши бюретку розчином і довівши рівень рідини до нульової точки.
13. Визначте і запишіть об'єм розчину, витраченого на титрування, враховуючи ціну поділки.
14. Вилийте розчин з бюретки (але не в склянку з титрувальним розчином).
15. Помийте ретельно бюретку проточною водою і сполосніть дистильованою водою після закінчення роботи.
16. Заповніть бюретку доверху дистильованою водою.
17. Закрийте зверху бюретку перевернутою маленькою склянкою або пробіркою.
18. У випадку, коли з бюреткою довго не будете працювати, ретельно помийте її під краном, поставте в штатив перевернутою або покладіть у ящик з фільтрувальним папером.

Хід роботи

Кожна бригада здобувачів вищої освіти одержує набір хімічного посуду. Треба ознайомитись із запропонованими зразками мірного посуду, після чого замалювати його в протоколах та надати детальний опис – матеріал,

призначення, особливості конструкції та роботи з ним. Також зазначається стан поверхні та пропонується порядок очищення.

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

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

Вимитий посуд використати для приготування розчину.

Завдання 1. Описати призначення запропонованих зразків хімічного посуду та стан його поверхні. Приготувати 250 см³ хромової (перманганатної, Комаровського) суміші та виконати миття отриманого посуду.

Приклад опису завдання 1: Колба мірна на 100 см³ використовується для приготування розчинів точної концентрації. Надана колба виготовлена з боросилікатного скла, термостійка. Зсередини колби наявні забруднення у вигляді нальоту бурого кольору. Запропонований порядок очищення: миття теплим содовим розчином, миття хромовою сумішшю, ретельне промивання дистильованою водою.

Миття лабораторного посуду хромовою сумішшю

1. *Вимили скляний посуд гарячою водою, використовуючи "йоржики".*
2. *Змочили хромовою сумішшю ($K_2Cr_2O_7$ і к. H_2SO_4 96-98 %) усі стінки скляного посуду.*
3. *Помістили піпетки в скляний циліндр і втягнули хромову суміш гумовою грушею до половини об'єму піпетки.*
4. *Вилили хромову суміш через широкий отвір піпетки в той посуд, де вона була раніше.*
5. *Помили ретельно 10 разів посуд водопровідною водою.*
6. *Сполоснули посуд із середини дистильованою водою.*

При необережному поводженні хромова суміш, може спричинити сильні опіки. Перша допомога – промити це місце великою кількістю води, потім – розчином питної соди.

Завдання 2. За допомогою мірних піпеток та колб приготувати розчин об'ємом 100 см^3 , змішуючи 25 см^3 розчину сульфатної кислоти з масовою часткою $0,05$ ($\rho = 1,08\text{ г/ см}^3$) та 50 см^3 розчину тієї ж кислоти з масовою часткою $0,002$ ($\rho = 1,00\text{ г/ см}^3$). Яка масова частка речовини в новому розчині?

Приклад опису завдання 2:

1. За допомогою мірних піпеток відбираємо необхідні аліквоти наданих розчинів і переносимо їх в мірну колбу на 100 см^3 .
2. Доводимо об'єм мірної колби до мітки.
3. Розраховуємо масову частку одержаного розчину.

Питання для самоконтролю

1. Правила заповнення піпеток, мікропіпеток безбарвними розчинами.
2. Правила заповнення забарвленими розчинами піпеток, бюреток.
3. Способи виливання рідини з піпеток та з бюреток.
4. Як витіснити повітря з бюреток?
5. Що таке калібрування?
6. Як визначити чистоту лабораторного посуду?
7. Способи миття лабораторного посуду.
8. Правила роботи з хромовою сумішшю.
9. Способи сушіння лабораторного посуду.
10. Що таке стерилізація? Способи стерилізації лабораторного посуду.
11. Обґрунтуйте вибір матеріалів для виготовлення хімічного посуду. Опишіть основні характеристики хімічного скла.
12. Назвіть основні етапи очищення хімічного посуду.
13. Які існують суміші для миття хімічного посуду?
14. Опишіть роботу з сумішами для миття хімічного посуду та правила їх зберігання.
15. Опишіть способи контролю чистоти поверхні посуду.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 3

Робота з терезами та зважування

Матеріальне забезпечення

Терези: аптечні, технохімічні та аналітичні, торсійні, важки, кристалічні неорганічні, органічні речовини, годинникове скло, бюкс, тигель, колба.

Навчальна мета

Знати:

1. Будову технохімічних терезів.
2. Будову аптечних та аналітичних терезів.
3. Будову торсійних терезів.

Уміти:

1. Зважувати на технохімічних терезах.
2. Зважувати на аптечних та аналітичних терезах.

План проведення заняття

1. Техніка роботи з технічними терезами.
2. Будова аналітичних терезів та основні вузли
3. Техніка роботи з аналітичними терезами.
4. Техніка роботи з електронними терезами.
5. Зважування приблизних і точних наважок.

Класифікація терезів

Терези є найважливішим приладом в хімічній лабораторії, оскільки практично жодна робота не обходиться без визначення маси реагентів і продуктів реакції. Залежно від точності, з якою проводиться зважування, терези поділяють на такі групи:

- для грубого зважування (точність до 1 г);
- для точного зважування (точність від 1 до 10 мг);
- для більш точного зважування (аналітичні) (точність від 0,1 мг до 10^{-9} мг).

Лабораторні терези поділяють на:

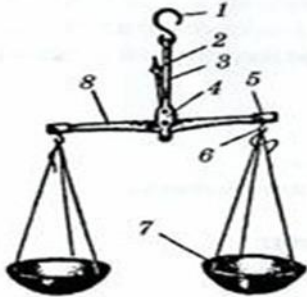

- технохімічні (звичайно більш грубі);
- аналітичні (мікроаналітичні, ультрамікроаналітичні) (більш чутливі);
- спеціальні (для особливих цілей).

За способом створення сили рівноваги терези поділяють на:

- механічні з гирями (рівне плече і нерівне плече);

- квадрантні (маятникові врівноважуючі пристрої);
- пружинні (торсійні, крутильні);
- гідростатичні.

Зазвичай в хімічних лабораторіях застосовують:

Технохімічні		<p>Технохімічні терези дозволяють визначати масу з похибкою до 0,1–0,01 г. Їх часто використовують для зважування вихідних речовин і отриманих продуктів. Технохімічні терези застосовують для вимірювання відносно великих мас (від 100 г до 1 кг) з точністю від 0,05 до 0,5 г</p>
Аптечні		<p>Аптечні ручні терези застосовують для відважування сипких речовин у кількості 0,01–100 г</p>
Торсійні		<p>Торсійні терези дозволяють визначати масу з похибкою до 0,01 г. Їх часто використовують для зважування вихідних речовин. Торсійні терези відносяться до типу циферблатних і призначені для зважування невеликих наважок (0,01–2000 мг)</p>
Аналітичні		<p>Аналітичні терези дозволяють визначати масу з похибкою до 0,0001–0,0002 г (чутливість 0,01–0,1 мг), тобто точність зважування на аналітичних терезах складає 0,0001 г. Зважувати на аналітичних терезах предмети більш важкі, ніж допускає граничне навантаження терезів (дорівнює 200 г) забороняється</p>

Електронні		<p>Електронні терези дозволяють визначати масу з похибкою до 0,1–0,01 г. Їх часто використовують для зважування вихідних речовин і отриманих продуктів. Електронні терези з мікропроцесорними і розрахунковими блоками володіють більшою, ніж механічні терези, стійкістю до коливань</p>
------------	---	---

Зважування – порівняння маси даної речовини з масою гирьок, маса яких відома і виражена в певних одиницях (мг, г, кг). До кожного типу терезів відносяться свої гирі. Набір гирьок для технохімічних терезів, для аналітичних терезів поміщені в спеціальний футляр, який називають важками.



Рис. 6. Набір гирьок для технохімічних терезів



Рис. 7. Набір гирьок для аналітичних терезів

Для зважування на технохімічних терезах застосовують точні важки. Грамові гирьки нікельовані, міліграмові – являють собою пластинки із алюмінію або нікелю. Кожна міліграмова гирька має зігнутий кінець, за який беруть гирьку пінцетом, коли кладуть на терези. **Гирьки точних важків не можна брати руками, їх можна брати тільки пінцетом.** Точні важки не можна залишати відкритими, коли ними не користуються. По закінченню зважування кожену гирьку кладуть в те місце, де її взяли. **Масу предмету підраховують шляхом складання маси всіх важків.** Наприклад, на терезах стояли наступні важки: 10 г, 5 г, 1 г, 500 мг, 200 мг, і 20 мг, тоді маса предмету, дорівнює 16 г 720 мг або 16,72 г. Якщо на терезах стояли важки 5 г, 2 г, 20 мг, 10 мг, то маса предмету дорівнює 7 г 30 мг або 7,03 г. Записувати масу прийнято в г, позначаючи міліграмові важки у вигляді десятих і сотих долей г.

Для зважування на аналітичних терезах є спеціальні аналітичні важки. Це набір дуже точних грамових гирь, які знаходяться в коробці з кришкою. **Всі гирьки потрібно брати тільки пінцетом.** Необхідно пам'ятати розташування гирьок за величиною маси в коробці і підраховувати масу гирьок, за пустими місцями. Міліграмові важки відсутні. Вони замінені спеціальними кільцями, які підвищенні всередині терезів. За допомогою системи важелів вони навішуються на спеціальну планку, яка прикріплена до правої сережки коромисла. *Зважування відбувається за допомогою двох дисків, з нанесеними на них цифрами. Обертанням зовнішнього диска можна розташувати важки від 100 до 900 мг, при обертанні внутрішнього диска наважують важки від 10 до 90 мг.*

Правила роботи на аптечних (ручних) терезах (рис. 8)

При зважуванні терези беруть за кільце обіймиці великим і вказівним пальцями лівої руки так, щоб середній і безіменний пальці, не торкаючись обіймиці, могли обмежувати коливання стрілки як в один, так і в другий бік, а після зважування притримувати стрілку посередині обіймиці.

Чутливість терезів перевіряють шляхом визначення мінімального навантаження (мг), яке спричинило стандартне відхилення від положення стрілки рівноваги. За стандартне відхилення для ручних терезів приймають вихід стрілки із обіймиці до половини своєї довжини. У неробочому стані аптечні терези зберігають у підвішеному стані на гачку спеціального штатива або ж у коробці.

Правила зважування на технохімічних терезах

- 1. Перевірте справність терезів.** Звільняють аретир і спостерігають за положенням стрілки терезів. Якщо терези працюють правильно, тоді стрілка, буде стояти на нулі шкали або буде відхилитися на однакову кількість ділень по обидві сторони від нуля.
- 2. Зрівноважте терези.** У випадку необхідності проводять регулювання за допомогою установчих ніжок-гвинтів. Якщо і після цього стрілка все ж таке не стає на нуль, тоді необхідно домогтися рівноваги за допомогою гайок, які укріпленні на кінцях правого і лівого плеча коромисла, для балансування. Якщо якась чашка терезів виявляється як би важче іншої, гайку на цьому коромислі необхідно повертати поступово так, щоб вона пересувалася до середини коромисла до тих пір, доки вона при опущеному аретирі не стане на нуль.
- 3. Насипте зважуваний матеріал на чистий листок паперу, на годинникове скло, в бюкс або скляночку. Будь-яка тара повинна бути попередньо врівноважена або зважена.**

4. **Стежте за відхиленням стрілки терезів, вивільняючи аретир;** слідкуйте за відхиленням стрілки терезів.
5. **Підбирайте різноважки або набирайте потрібну кількість матеріалу доти, поки терези не будуть зрівноважені,** тобто стрілка не буде стояти на нулю шкали. Обережно звільняють аретир кожен раз перед тим, як покласти нову гирьку або додати недостатній матеріал, терези аретирують.
6. **Підрахуйте отримані значення маси за порожніми гніздами,** запишіть результати зважування в робочий журнал.
7. **Різноважки складіть у футляр.**

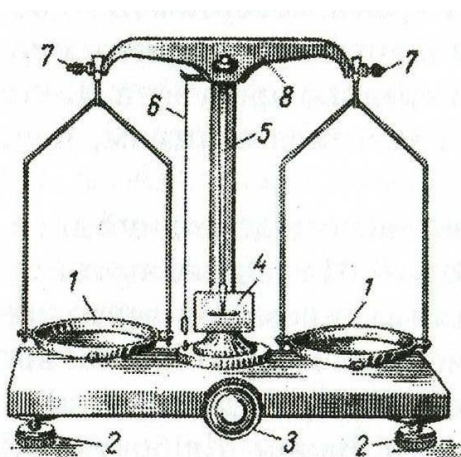


Рис. 8. Технохімічні терези:

- 1 – шальки;
- 2 – опорні гвинти;
- 3 – ручка аретира;
- 4 – шкала;
- 5 – стрілка;
- 6 – висок;
- 7 – балануючі гайки;
- 8 – коромисло

Правила зважування на аналітичних терезах

Приступаючи до роботи, слід пам'ятати, що аналітичні терези – один з найточніших і дуже важливих вимірювальних приладів у лабораторіях кількісного аналізу. Поводитися з ними треба обережно. Крім названих, існують ще й торсійні терези. Подібно іншим лабораторним вагам, аналітичні ваги – це рівноплечеві ваги з коромислом. Усередині коромисла укріплена агатова призма. Своїм ребром вона спирається на агатову подушку. На рівних відстанях від неї розташовані ще дві призми, на які за допомогою сережок підвішені вагоприймальні чаші. Для оберігання ребер агатових призм від швидкого зношування ваги забезпечені аретиром – пристосуванням, що дозволяє підводити вгору коромисло з чашами і не допустити їх зіткнення з подушками, на які спираються призми. Коли вагами не користуються або при зміні навантажень під час зважування ваги обов'язково повинні бути аретировані.

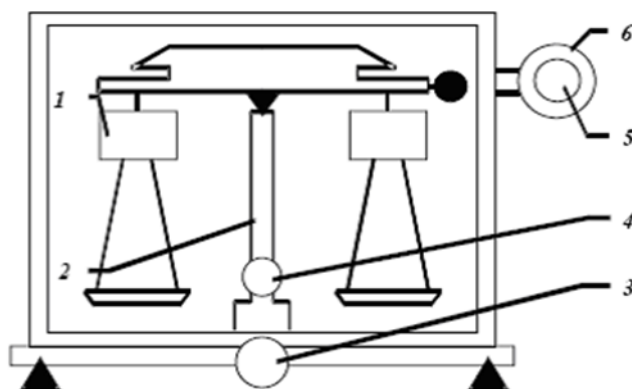


Рис. 9. Схема аналітичних терезів

Ваги укладені в застклений футляр. На основі ваг (рис. 9) встановлена колонка 1, на якій поміщається подушка для середньої призми коромисла. На кінцях коромисла навішують сережки, на яких висять стакани демпферів 2 з вагоприймальними чашами. Під основою ваг вмонтовано аретируючий пристрій, що приводиться в дію маховичком 3. Ваги забезпечені світловим екраном 4, на який проектується мікрошкала, що закріплена на нижньому кінці стрілки, яка жорстко пов'язана з коромислом. Освітлення шкали включається при реаретируванні ваг маховичком 3. Зразки, що призначені для зважування, завжди розташовують на лівій чаші. Гирі масою 1 грам і вище поміщають на праву чашу. Гирі малої маси (від 0,01 г до 0,99 г) накладають за допомогою спеціального механізму, розташованого на правій стороні корпусу ваг. Він складається з двох дисків 5 і 6 на загальній осі, поворотами яких на рейку, що скріплює з коромислом, накладаються або знімаються кільцеві гирі. Диски обертаються незалежно один від одного. Повертаючи малий диск 5, можна змінювати масу різноважок від 0,01 г до 0,09 г. Поворот великого диска забезпечує зміну маси від 0,1 г до 0,9 г. Сумарна вага накладених різноважок відлічується по цифрам, які видно проти риски.

Порядок зважування та правила роботи на аналітичних терезах

1. Перевіряють, чи не забруднені терези і чи правильно вони встановлені; перевіряють наявність усіх різноважок у комплекті.
2. Вмикають терези в освітлювальну мережу.
3. Перевіряють нульову точку. Для цього відкривають до відказу аретир і дивляться на екран вейтрографа. При ненавантажених терезах нуль шкали повинен точно збігатися з вертикальною відділковою лінією на екрані; якщо такого збігання немає, то невеликим поворотом головки коректора, що знаходиться вище від ручки аретира, його досягають. Таким чином можна установити нульову точку, якщо вона відхилена на 2–3 поділки. Якщо ж відхилення більше, необхідно налагодити терези.

4. Кладуть предмет на ліву шальку терезів і зачиняють дверцята.
5. Відчиняють праві дверцята і починають підбирати різноважки, починаючи від більшої до меншої по черзі. Після кожної поставленої різноважки відчиняють аретир і дивляться, куди відхиляється стрілка терезів.

Повністю відчиняти при цьому аретир не можна!

Ручку аретира повертають настільки, щоб було чітко видно, куди відхиляється стрілка. Якщо чергова різноважка покаже, що маса її велика, треба зменшити масу поставлених різноважок на 1 г і починати підбирати частки грама.

6. Спочатку підбирають десяті частки грама, повертаючи відповідний диск, і поєднують з показником різні цифри. При кожному повороті диска терези необхідно попередньо аретувати. Коли навантаження, навішане цим диском, виявиться великим, його зменшують на 0,1 г.
7. Підбирають соті частки грама, повертаючи відповідний диск.
8. Знайшовши певну масу з точністю до 0,01 г, відчиняють аретир повністю і знімають показники шкали за допомогою вейтографа. Великі поділки шкали позначені цифрами із знаком плюс або мінус. Знак плюс означає, що величину відліку треба додати, а знак мінус – що величину відліку треба відняти. Важко підібрати соті частки грама так, щоб відлік по шкалі був із знаком плюс.
9. Записують результат зважування в робочий журнал. Маса зважуваного предмета (речовини) повинна бути записана в журнал з точністю до четвертого знаку після коми.
10. Не можна допускати ніяких зіткнень з неаретованими терезами. Опустити і підняти аретир треба обережно плавним поворотом ручки.
11. Не зсувати терези з місця.
12. Не перевантажувати терези (>200 г).
13. Категорично забороняється зважувати речовини безпосередньо на шальці терезів. Зважувану речовину поміщають в бюкс, тигель, або на годинникове скло.
14. Додавати або зменшувати кількість речовини, яку зважують, можна тільки поза футляром терезів.
15. Не можна зважувати гарячі або дуже холодні предмети, а також мокрі і брудні. Зважувані предмети повинні мати температуру вагової кімнати, для цього їх треба покласти на 15–20 хв біля терезів.
16. Проводити усі зважування одного аналізу треба на одних і тих самих терезах, користуючись одними і тими ж різноважками.
17. Після закінчення зважування необхідно переконатися, що терези аретовані, навантаження знято, дверцята повністю зачинені.

Правила зважування на електронних терезах

Для правильної роботи електронних терезів, необхідно їх виставити в горизонтальній площині на лабораторному столі.

1. Включають кнопку on/off. На екрані з'являються значення 0.00.
2. Поміщають тару. Наприклад, годинникове скло або хімічний стакан. Записують масу тари.
3. Додають необхідну масу речовини, яку необхідно зважити.
4. Вимикають терези.

Хід роботи

1. Розглянути особливості складових компонентів всіх видів терезів: технохімічних, аналітичних, електронних.
2. Ознайомитися з основними правилами роботи на технохімічних, аналітичних, електронних терезах, які наведені в навчально-методичному посібнику. Законспекуйте і запам'ятайте ці правила.
3. Виконати завдання 1–5.

Завдання 1

1. Відкрийте ящик з важками для технохімічних терезів. Розгляньте і запам'ятайте в якому порядку вони розташовані.
2. Дістаньте важки (умовно) та визначте загальну масу в г: Запишіть отримані результати загальної маси в г в лабораторному зошиті.
 - а) 20 г, 3 г, 200 мг, 100 мг, 20 мг, 10 мг;
 - б) 10 г, 1 г, 50 мг;
 - в) 2 г, 500 мг, 100 мг;
3. Дістаньте важки (умовно), які відповідають масі: 24,70 г; 50,64 г; 3,03 г. Переведіть масу в г і мг, які відповідають важкам. Запишіть отримані результати в лабораторному зошиті.

Завдання 2

1. Перевірте правильність роботи технохімічних терезів і відрегулюйте їх, якщо необхідно.
2. Поставте на ліву чашу терезів який-небудь предмет (тигель, бюкс, маленький стаканчик або колбу, годинникове скло) і проведіть зважування. Запишіть отриманий результат маси предмету.
3. Покладіть на ліву чашу терезів чистий лист паперу і врівноважте його за допомогою іншого листа паперу. Зважте 1,35 г натрію хлориду (або необхідну наважку кристалічної речовини за вказівкою викладача).

Завдання 3

1. Визначте нульову точку аналітичних терезів.
2. Поставте на ліву чашку терезів бюкс або тигель і визначте його вагу, зважуючи її за правилами.
4. Запишіть отриману масу.
5. Приберіть важки з терезів. Перевірте ще раз нульову точку.

Завдання 4

1. Візьміть на годинниковому склі або бюксі наважку, яка дорівнює 0,3028 г і визначте її точну масу на аналітичних терезах.
2. Візьміть в бюксі наважку, яка близька до маси 0,2500 г і визначте її точну масу на аналітичних терезах.
3. Приберіть навантаження з аналітичних терезів, перевірте не залишилося на терезах речовини, яку зважували.
4. Приберіть важки з терезів. Перевірте ще раз нульову точку.

Завдання 5

1. Включіть електронні терези.
2. Зважте речовину, масою близько 1–2 г або необхідну наважку кристалічної речовини, на електронних терезах, за вказівкою викладача. Запишіть значення маси речовин.

У кінці лабораторного заняття зробіть висновок, що стосується особливостям зважування на технохімічних, аналітичних, електронних терезах. Вкажіть точність зважування на терезах, які ви використовували у роботі.

Питання для самоконтролю

1. Які види терезів застосовуються в лабораторній практиці?
2. Що таке аретир і яка його роль?
3. Які правила зважування на технохімічних терезах?
4. Які правила зважування на аналітичних терезах?
5. Як визначити нульову точку в аналітичних терезах?
6. Які правила і переваги зважування на електронних терезах?
7. У яких випадках при зважуванні користуються технохімічними терезами, а в яких – аналітичними?
8. Правила зважування на аптечних терезах.
9. Чому не можна брати руками різноважки?
10. Чому аналітичні терези найкраще установити в окремій кімнаті на мармурову дошку?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 4

Лабораторні нагрівальні прилади та техніка роботи з ними

Матеріальне забезпечення

Пальник Бунзена і Теклю, спиртівка, електрична водяна баня, електрична пісочна баня, муфельна піч, трубчаста піч, тигельна піч, сушильна шафа, термостат.

Навчальна мета

Знати:

1. Газонагрівальні прилади.
2. Електронагрівальні прилади.
3. Принцип роботи термостата.
4. Правила безпеки під час роботи з нагрівальними приладами.

Уміти:

1. Користуватися спиртівками.
2. Користуватися електричними плитками.
3. Користуватися різними видами бань, сушильною шафою, термостатом, муфельною та тигельною печами.

План проведення заняття

1. Пальник Бунзена та Теклю.
2. Спиртівка
3. Сушильна шафа
4. Муфельна піч
5. Термостат
6. Водяна та пісочна бані.
7. Правила роботи з нагрівальними приладами.
8. Визначення вологості борошна.

Для нагрівання використовують спиртівки, газові горілки та закриті електронагрівальні прилади.

З метою безпеки при нагріванні слід дотримуватися таких правил:

- не нагрівати неперемішані розчини;
- при нагріванні розчинів у хімічну склянку слід опустити скляну паличку і час від часу перемішувати вміст, щоб запобігти нерівномірному нагріванню;

- легкозаймисті рідини нагрівати тільки на банях.
- вмикати електроприлади слід тільки в ту електричну мережу, на напругу якої розрахований прилад.

Прийоми поводження з газовим пальником

Пальник Теклю. Підставка пальника є не тільки опорою, через неї вводиться і газ. Для цього з боку підставки є відвідна трубка (7), на яку натягують гумовий шланг, з'єднаний з газовим краном. З протилежного боку є гвинт з круглою ручкою (2), за допомогою якого регулюють надходження газу в пальник. Якщо цей гвинт закрутити до краю, тоді газ надходить не буде; відкриваючи гвинт, можна досягти більшої чи меншої подачі газу.

У середині газового пальника є сталева трубка. Нижня її частина вузька, з гвинтовою нарізкою, що дає змогу вкручувати її в підставку. На нижню частину трубки нагвинчений диск. Трубка пальника (4) посередині розширена. Знизу вона закрита пластинкою з отворами, через які в неї надходить повітря. Розширену частину трубки називають змішувачем (3). У широкій частині трубки повітря змішується з газом, що надходить знизу. Надходження повітря в пальник регулюється поворотом диска (6). Якщо цей диск закручений і щільно закриває отвір змішувача, повітря в пальник не надходить, згоряння газу буде неповним, температура полум'я при цьому знижується, воно стає світлим ("холодним") і кіптявим. Відкручуючи диск, дають доступ повітрю, і полум'я стає несвітлим ("гарячим").

Пальник Бунзена відрізняється від пальника Теклю тим, що в нижній частині трубки (3) і в муфті (2) розміщені два отвори (один навпроти одного) для надходження повітря. Подачу повітря в пальник і тим самим температуру полум'я регулюють поворотом муфти з отворами. Чим повніше ці отвори збігаються з отворами трубки, тим більший доступ повітря і вища температура полум'я. Пальник Теклю більш досконалий прилад, оскільки в ньому можна точніше регулювати не тільки доступ повітря, а й подачу газу.

Підготовка пальника до запалювання:

- а) насадіть один кінець гумового шланга на ріжок газового крана, а другий – на відвідну трубку підставки пальника;
- б) поверніть гвинт, що регулює подачу газу, на один-два оберти проти годинникової стрілки (кількість обертів залежить від тиску газу в газовій мережі);
- в) закрийте подачу повітря. Для цього підніміть диск пальника Теклю до краю або закрийте отвір подачі повітря поворотом муфти пальника Бунзена. Якщо запалювати пальник при відкритому регуляторі повітря

(при великому надлишку повітря), то газ може загорітися всередині трубки (біля вхідного отвору), станеться проскакування полум'я. При цьому з'являється характерний звук.

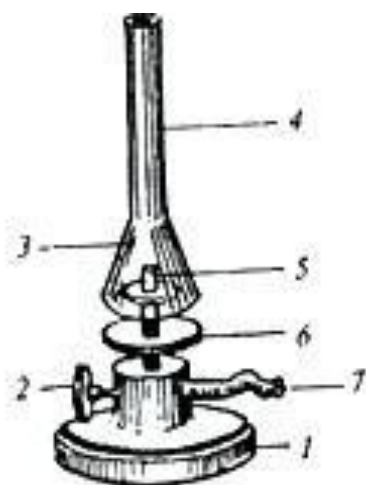


Рис. 10. Газовий пальник Теклю:

- 1 – підставка;
- 2 – гвинт, що регулює надходження газу;
- 3 – змішувач;
- 4 – трубка пальника;
- 5 – трубка для подачі газу в пальник;
- 6 – диск, що регулює подачу повітря;
- 7 – відвідна трубка.

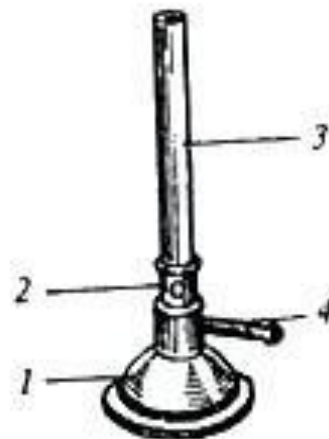


Рис. 11. Газовий пальник Бунзена:

- 1 – підставка;
- 2 – муфта, що регулює подачу повітря;
- 3 – трубка з наскрізним отвором знизу для змішування газу з повітрям;
- 4 – відвідна трубка.

Зовнішнє полум'я витягується, стає вузьким і набуває зеленого кольору (якщо трубка пальника мідна). Трубка пальника дуже розжарюється, з'являється характерний неприємний запах продуктів неповного згорання світільного газу. У цьому разі треба негайно закрити газовий кран. Коли пальник охолоне, слід закрити регулятор подачі повітря і запалити пальник знову.

Запалення і гасіння пальника:

- а) запаліть сірник, піднесіть його до вихідного отвору пальника збоку і повільно відкрийте газовий кран. Якщо запалений сірник піднести зверху, то сильний струмінь суміші газу й повітря може погасити полум'я;
- б) відкрийте регулятор повітря. Для цього опустіть диск пальника Теклю вниз або поверніть муфту пальника Бунзена так, щоб подача повітря була достатньою для повного згорання газу, але не досить великою, щоб газ горів без шуму і кіптяви. Намагайтеся, щоб полум'я стало голубуватим, не світлим;

- в) відрегулюйте газовим краном або гвинтом пальника висоту полум'я (вона повинна бути близько 8–10 см);
- г) вимкніть газовий пальник, закривши кран газової мережі.

Коли працюєте з полум'ям, пам'ятайте: пара і гази вогнебезпечні: з повітрям вони утворюють вибухову суміш, тому необхідно дотримуватися правил техніки безпеки

Прийоми поведження зі спиртівкою

Ознайомлення з будовою спиртівки (рис. 12). Із спиртівки знімають ковпачок і кладуть його на стіл. Піднімають трохи диск з трубкою і гнітом, не виймаючи його з резервуара. Стежать, щоб диск із трубкою щільно прикривав отвір резервуара спиртівки, аби не міг спалахнути спирт у самому резервуарі.

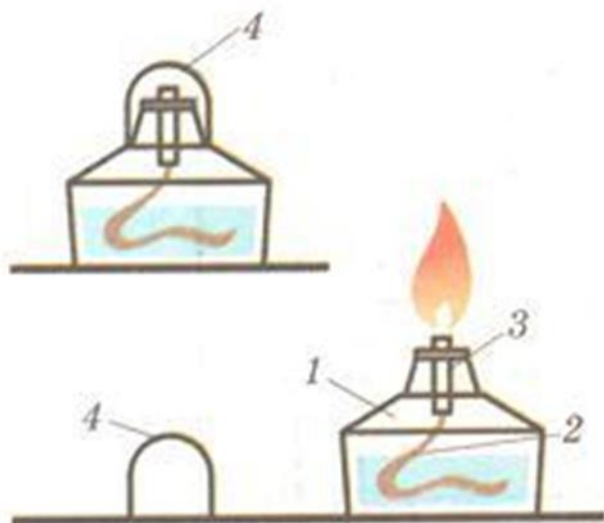


Рис. 12. Спиртовий пальник:

- 1 – резервуар зі спиртом;
- 2 – гніт;
- 3 – металічна трубка з диском;
- 4 – ковпачок

Підготовка спиртівки до запалювання

Спиртівку заправляють у такій послідовності. В резервуар через лійку наливають денатурований спирт (не менше ніж $1/3$ і не більше ніж $2/3$ об'єму спиртівки). У трубку вставляють гніт з нескручених бавовняних ниток (але не з вати або марлі). Гніт повинен входити не дуже щільно, але й не випадати з трубки, має бути однакової товщини по всій довжині і вільно діставати дна спиртівки. Кінець гніта обрізують ножицями. Перед запалюванням гніт змочують спиртом; спиртівку закривають ковпачком, щоб не випаровувався спирт з гніта, інакше її важко буде запалити.

Запалювання і гасіння спиртівки

Перш ніж запалити спиртівку, треба перевірити, чи є в ній спирт та чи хороший гніт.

Щоб уникнути пожежі, спирт можна наливати тільки в погашену спиртівку. У спиртівку, що горить, наливати спирт категорично забороняється.

Перед запалюванням спиртівки треба зняти ковпачок, розправити гніт так, щоб одержати полум'я потрібного розміру, і піднести до гніта запалений сірник або скіпку. Не можна запалювати одну спиртівку від іншої, бо при цьому може розлитися спирт і виникнути пожежа.

Щоб збільшити полум'я, треба погасити спиртівку і, тримаючи диск лівою рукою, висунути правою з трубки гніт угору на 1-1,5 см і розправити його.

Якщо під час роботи на гніт потрапить вода, який-небудь розчин або порошок і полум'я зменшиться, треба погасити спиртівку, витягнути трохи гніт і обрізати його. Якщо гніт при цьому укоротиться настільки, що не діставатиме до дна спиртівки, треба взяти новий гніт.

Якщо полум'я спиртівки зменшується, а кінець гніта починає тліти, то це означає, що спирт по ньому не піднімається. Треба погасити спиртівку, долити спирту через лійку або послабити стиснення гнота в трубці.

Зі спиртівкою треба поводитись завжди обережно, щоб не перекинути її і не розбити. Якщо спирт, що горить, розіллється по столу, то треба відразу ж закрити його рушником, засипати піском чи залити водою.

Щоб погасити спиртівку, треба закрити її ковпачком, підносячи його збоку. Ніколи не слід дмухати на запалену спиртівку, щоб її загасити. Це також може спричинити пожежу.

Після закінчення роботи спиртівку треба закрити ковпачком, щоб спирт не випаровувався, а в гніті не скупчувалася вода, що є в спирті. Якщо в гніті збереться вода, то спиртівка горітиме погано, тоді треба вставити в трубку новий гніт.

Електронагрівальні прилади

До електронагрівальних приладів належать електроплитка, сушильна шафа, муфельна піч, тигельна піч, водяна баня, повітряна баня, піскова баня, олійна баня, термостат.

Прилад	Малюнок	Опис
<i>Електричні водяні бані</i>		забезпечують рівномірне нагрівання і не доводять до місцевого перегрівання та застосовують для нагрівання до температури 100 °С
<i>Повітряна баня</i>		призначена для нагрівання за допомогою гарячого повітря. За будовою вона подібна до водяної бані, але в неї немає дна і водомірного скла.
<i>Електричні піскові бані</i>		застосовують для повільного рівномірного нагрівання до температури 100–400 °С
<i>Олійні бані</i>		побудовані так само, як водяні, але заповнені мінеральною олією
<i>Електричні сушильні шафи</i>		призначені для висушування посуду, осадів. Температура в них змінюється в проміжках 20–300 °С. Шафи оснащені спеціальним автоматичним регулятором

<p><i>Електричні муфельні печі</i></p>		<p>служують для прожарювання осаду в тиглях. Нагрівальні елементи в них виготовлені, як правило, з ніхромової дротини. Температура в цих печах може досягати 800-1200 °С</p> <p>У муфельних печах прожарюють речовини за підвищених температур. У печі не можна розливати реактиви. Розжарені тиглі виймають з муфельної печі довгими тигельними щипцями. <i>Тигельні печі</i> подібні до муфельних, але менших розмірів, оскільки вони розраховані на сушіння матеріалу в тиглях</p>
<p><i>Термостат</i></p>	 <p>Термостат являє собою камеру з подвійними дерев'яними, металевими або пластмасовими стінками. У товщу зовнішньої стінки вкладають шар теплоізоляційного матеріалу: азбест, повсть, корок. Між стінками термостата (залежно від конструкції) наливають воду або трубками циркулює нагріте повітря, або є металеві спіралі, по яких проходить струм. Дверцята термостата роблять подвійними. Всередині термостата розміщені полицки з металевої сітки, на які ставлять штативи з пробірками тощо. Полицки роблять несучільними, щоб усередині термостата вільно переміщувалося нагріте повітря і тепло поширювалося рівномірно по усій камері</p>	<p>прилад, призначений для постійного підтримання певної температури. Найчастіше термостат встановлюють на температуру людського тіла, тобто на 37 °С. У термостаті вирощують на живильних середовищах культури бактерій, здійснюють серологічні та біохімічні реакції. У термостат через спеціальний отвір вставлено спеціальний термометр, який показує температуру всередині камери. Сталість температури в термостаті підтримується за допомогою терморегуляторів. Якщо температура в камері стає вищою від заданої, то терморегулятор механічно вимикає джерело тепла, а при зниженні – вмикає його. Існує декілька видів терморегуляторів: біметалевий, контактний та ін. В електричних термостатах встановлюють біметалеві терморегулятори.</p>

Хід роботи

1. Розглянути особливості складових компонентів всіх видів нагрівальних приладів.
2. Ознайомитися з основними правилами роботи з нагрівальними приладами. Законспекуйте і запам'ятайте ці правила.
3. Запаліть та загасіть спиртівку.
4. Використовуючи електричну сушильну шафу знайти вологість борошна за методикою:

Визначення вологості борошна

1. Помийте добре бюкс.
2. Поставте бюкс у сушильну шафу з перевернутою набік кришкою.
3. Просушіть бюкс протягом 45–60 хв.
4. Охолодіть бюкс в ексікаторі 15–20 хв.
5. Зважте бюкс на аналітичних терезах.
6. Помістіть у бюкс приблизно 5 г борошна. Закрийте його кришкою і точно зважте на аналітичних терезах.
7. Зніміть з бюкса кришку, покладіть її на ребро (або під низ бюкси) і поставте бюкс із наважкою в сушильну шафу.
8. Зачиніть дверцята шафи і стежте, щоб температура її не перевищувала 125 °С.
9. Перенесіть бюкс із наважкою і кришкою в ексікатор через 1,5–2 год за допомогою тигельних щипців.
10. Вийміть бюкс із ексікатора через 20–25 хв, закрийте кришкою і зважте на аналітичних терезах.
11. Запишіть масу бюкса з наважкою і знову помістіть його в сушильну шафу на 40–45 хв.
12. Охолодіть бюкс в ексікаторі, а потім зважте на аналітичних терезах.
13. Досягніть постійної маси: якщо друге зважування дало результати відмінні від першого не більше ніж на 0,0002 г, то вважайте, що вся вода видалена. Якщо ж друге зважування відрізняється від першого більше ніж на 0,0002 г, то знову сушіть і зважуйте доти, доки не буде різниці у зважуваннях до 0,0002г.
14. Запишіть у лабораторний журнал масу бюкса з наважкою.
15. Обчисліть результати аналізу.

Форма запису

1. *Взяття наважки:*

$m_1 = 9,1525$ (маса порожнього бюкса);

$m_2 = 10,5540$ (маса бюкса з наважкою);

$m_n = 1,4015$ г (наважка).

2. *Зважування після висушування:*

I зважування — 10,3492 г; II зважування — 10,3480 г;

III зважування — 10,3480 г.

Маса бюкса з наважкою після висушування $m_3 = 10,3480$ г.

3. *Обчисліть результати аналізу.*

Маса води: $m_{H_2O} = 10,5540 - 10,3480 = 0,2060$ г.

Визначення вмісту вологи в борошні:

$$w(H_2O) = \frac{m_{H_2O}}{m_{\text{наважки}}} \cdot 100\% = \frac{0,2060}{1,4015} \cdot 100 = 14,7\%$$

Питання для самоконтролю

1. На які групи поділяються лабораторні нагрівальні прилади?
2. Які газонагрівальні прилади вам відомі?
3. Яких заходів безпеки слід дотримуватися під час роботи з газовими пальниками?
4. Правила безпеки під час роботи зі спиртівкою.
5. Які ви знаєте електронагрівальні прилади?
6. Порядок нагрівання речовин на водяній, повітряній та пісковій банях і безпека під час роботи з ними.
7. Як саме слід нагрівати речовини в різних видах скляного та фаянсового посуду?
8. Що таке термостат? Принцип його роботи.
9. Принцип визначення вологості.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 5

Способи проведення реакцій

Матеріальне забезпечення

Пальник Бунзена або спиртівка, штатив з пробірками, пористий носій (фільтрувальний папір), предметне скло, мікроскоп.

Навчальна мета

Знати:

1. Правила проведення реакцій сухим та мокрим шляхом.
2. Техніку роботи з мікроскопом.
3. Будову мікроскопа.
4. Призначення мікроскопа.
5. Вимоги до препарату для мікроскопічного дослідження.
6. Способи виконання реакцій.

Уміти:

1. Користуватися мікроскопом.
2. Визначати присутність деяких елементів по кольору полум'я.
3. Проводити реакції в пробірках.
4. Проводити мікрокристалоскопічні реакції.
5. Проводити крапельні реакції.

План проведення заняття

1. Проведення реакцій сухим та мокрим шляхом.
2. Проби солей на забарвлення полум'я.
3. Техніка проведення реакцій в пробірках та крапельним способом.
4. Техніка роботи з мікроскопом.
5. Мікрокристалоскопічні реакції.

Проведення реакцій

«Сухим» способом

Реакції, що виконуються сухим способом, мають допоміжний характер.

Їх зазвичай використовують у попередніх випробуваннях.

Пірохімічний

А) Перевірка на забарвлення полум'я:

Na – жовтий,

K – фіолетовий

Ba – жовто-зелений

Sr – малиновий

Б) Одержання забарвлених перлин при сплавлінні досліджувальної речовини з бурою ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$):

CoO – синій, Cr_2O_3 – зелений

В) Розжарювання досліджуваної речовини на вугіллі за допомогою паяльної трубки. При цьому одержують забарвлені нальоти металів або оксидів: Pb – жовтий, As – білий.

Г) Термічний розклад



«Мокрим» способом – речовину розчиняють

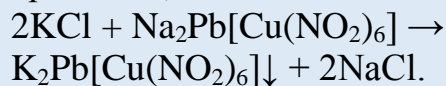
Пробірковий

Краплинний

(на пористому матеріалі)

Мікрокристалоскопічні реакції

(на предметному склі спостерігають колір і форму кристалів, заломлення світла)

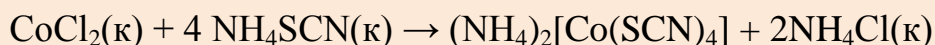


Коричневі кристали кубічної форми

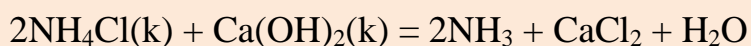
Механо-хімічний метод

Розтирання сухих речовин в результаті чого змінюється:

забарвлення



виділяється газ



1. Проба на забарвлення полум'я

Виконуючи проби на забарвлення полум'я, досліджувану речовину (у вигляді солі – хлориду, нітрату або карбонату) на петлі платинового дротика вносять у безбарвне полум'я пальника. За характерним забарвленням полум'я довідуються про присутність того або іншого елементу.

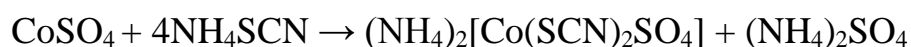
Таблиця 4

Забарвлення полум'я деякими елементами

Іон	Забарвлення полум'я	Іон	Забарвлення полум'я
Натрію	Яскраво-жовтий	Барію	Жовто-зелений
Калію	Фіолетовий	Літію	Малиновий
Кальцію	Цегляно-червоний	Купруму і бору	Яскраво-зелений
Стронцію	Карміново-червоний	Плюмбуму і арсенію	Блідо-голубий

2. Метод розтирання порошків

Метод розтирання порошків застосовується в тих випадках, коли при розтиранні порошків утворюються забарвлені сполуки або виділяються газоподібні речовини. У фарфоровий тигель (можна скористатись також фарфоровими чашкою чи пластинкою) поміщають кілька кристалів досліджуваної речовини й реагенту, а тоді добре розтирають суміш фарфоровою паличкою чи ступкою. Спостерігають появу чи зміну кольору суміші і роблять висновок про проходження реакції або про присутність (відсутність) визначуваного компонента в досліджуваній речовині. Наприклад, при розтиранні в фарфоровій ступці декількох кристалів сульфату кобальту(II) із твердим тіоціанатом амонію з'являється синє забарвлення комплексної солі $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_2\text{SO}_4]$:



Таблиця 5

Приклади кольорових реакцій, які проводяться методом розтирання сухих порошків та реактивів

Іон	Реактив	Продукт реакції	Колір
Fe^{3+}	NH_4SCN	$\text{Fe}(\text{NCS})_3$	Червоний
Cd^{2+}	Na_2S	CdS	Жовтий
Hg^{2+}	KI	HgI_2	Оранжевий
Ba^{2+}	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	BaCrO_4	Жовтий
Br^-	AgNO_3	AgBr	Жовтий
I^-	$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$	HgI_2	Оранжевий

При розтиранні суміші солі амонію із $\text{Ca}(\text{OH})_2$ виділяється аміак, який виявляють за характерним запахом.

3. Реакції з виділенням газу

Такі реакції проводять у пробірці або газовій камері. У пробірку вносять невеликий об'єм (до 1 мл) розчину досліджуваної речовини піпеткою, не торкаючись при цьому стінок пробірки. Тоді добавляють рівний об'єм розчину реагенту і спостерігають аналітичний ефект (виділення газу). Ідентифікацію газу проводять за його фізичними (колір, запах) чи хімічними властивостями. В останньому випадку пробірку закривають пробкою з газовідвідною трубкою, кінець якої занурюють у пробірку з розчином відповідного реагенту. В деяких випадках наносять розчин реагенту на фільтрувальний папір, який підносять до отвору пробірки.

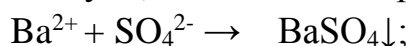
Іноді зручніше такі реакції проводити в газовій камері. Складають газову камеру з двох однакових скляних посудин (чашки Петрі, годинникові скла). На внутрішню частину одної посудини ставлять папірці, змочені розчином реагенту (або індикаторні папірці). На нижню частину другої посудини вносять розчини досліджуваної речовини та реагенту. Складають камеру і спостерігають аналітичний ефект на фільтрувальному (чи індикаторному) папері.

4. Проведення реакцій «мокрим» способом

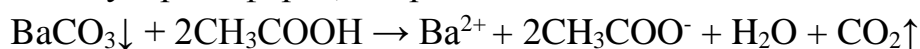
Речовину, яку аналізують, розчиняють у воді, кислотах, лугах, амоніаку, органічних розчинників чи сплавляють з різними плавнями (лужними або содовими: KOH , NaOH , K_2CO_3 , Na_2CO_3 чи кислими плавнями $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) з подальшим розчиненням у воді, кислотах або лугах.

Реакції між електролітами протікають зазвичай у водних розчинах, тому їх записують у скороченій іонній формі за такими правилами:

- для сильних електролітів записують тільки ті іони, які вступають в ефективні зіткнення, що призводять до утворення малорозчинної сполуки, слабого електроліту або газоподібного продукту, наприклад:



- слабкі електроліти, малорозчинні та газоподібні речовини записують у молекулярній формі, наприклад:



Методи за технікою виконання характерних реакцій мокрим способом:

1. Пробірковий (в тому числі і екстракційний спосіб);
2. Безпробірковий: краплинний, мікрокристалоскопічний.

4.1. Пробірковий метод

Пробірковим методом проводять реакції які супроводжуються зміною кольору розчину, виділенням газу або осадженням. Для проведення аналізу *напівмікрометодом* беруть звичайні пробірки заввишки 5–6 см або пробірки для центрифуги.



Рис. 14.
Пробірка хімічна



Рис. 15.
Центрифужні пробірки



Рис. 16.
Центрифуга лабораторна

При цьому до розчину (кілька крапель) досліджуваної речовини додають піпеткою розчин (чи сухий) реактиву і перемішують. Спостерігають зміни, появу чи зникнення кольору (випадіння осаду чи виділення газу).

В випадку реакцій осадження при необхідності реакції проводять у центрифужних пробірках, які ставлять у гніздо центрифуги. Рівень розчину в ній повинен бути на 6–8 мм нижче від краю пробірки. У протилежне гніздо центрифуги ставлять другу пробірку з водою для рівноваги, яка за масою має бути такою самою, що й пробірка з осадом. Час центрифугування кристалічних осадів становить 1–2 хв (при швидкості обертання 1000 об/хв), аморфних – 2–3 хв (при швидкості обертання до 2000 об/хв). Після повної зупинки центрифуги пробірку виймають, розчин над осадом зливають, осад промивають і досліджують (колір, розчинність тощо). **Екстракційні кольорові реакції** виконують, додаючи до розчину органічний реагент, який не змішується з водою. Спостерігають забарвлення органічного шару.

4.2. Безпробірковий метод

Краплинні реакції: хроматографічні кольорові реакції проводять на папері або тонкому шарі сорбенту (паперова чи тонкошарова хроматографія). Краплинні реакції дуже чутливі (до $1 \cdot 10^{-7}$ г). Для проведення аналізу беруть краплю досліджуваного розчину, наносять її на клаптик фільтрувального паперу і добавляють краплю реактиву. На папері з'явиться забарвлена пляма, навколо якої розміщена волога зона безбарвного розчину. Краплю наносять на

папір капілярною піпеткою або скляною паличкою з загостреним кінцем, або тонкою платиновою дротинкою з петелькою на кінці. В якості паперу краще використовувати беззольні фільтри типу «біла стрічка».

В основу цього методу покладено капілярно-адсорбційні властивості фільтрувального паперу. Забарвлені зони утворюються завдяки різній здатності йонів адсорбуватись одним і тим самим реактивом. Ближче до центра забарвленої плями розміщуватимуться найменш розчинні сполуки. Якщо у розчині є кілька йонів, швидкість руху яких різна, то відбувається розподіл йонів у вигляді концентричних зон.

Наприклад, цим методом можна виявити катіони Алюмінію за наявності інших йонів. На смужку фільтрувального паперу наносять по краплі досліджуваного розчину і реактиву $K_4[Fe(CN)_6]$, який не взаємодіє з іонами Al^{3+} , зате утворює важкорозчинні сполуки з іншими іонами d-елементів. Обробивши папір випарами амоніаку, а периферію плями – алізаринном, дістанемо характерне рожеве забарвлення, що свідчить про наявність катіонів Алюмінію.

Мікрокристалоскопічні реакції ґрунтуються на утворенні хімічних сполук – осадів, які мають характерні форму, колір та здатність кристалів заломлювати світло. По одній краплині розчинів досліджуваної речовини та реагенту наносять на предметне скло за допомогою піпеток чи скляних паличок. Тоді краплини з'єднують, не перемішуючи, скляною паличкою і через кілька хвилин спостерігають під мікроскопом аналітичний ефект (форму та колір утворених кристалів осаду). Швидкість утворення кристалів залежить від концентрації розчину, об'єму досліджуваної краплі, наявності домішок. Іноді рекомендують випарювати краплі, але лише до утворення облямівки.

Далі предметне скло охолоджують і розглядають форму кристалів під мікроскопом. Такий спосіб проведення реакцій має переваги перед попередніми методами за специфічністю й чутливістю, яка для окремих речовин досягає 0,1 мкг. Однак проведення мікрокристалоскопічних реакцій потребує особливої акуратності й ретельності. Виконують їх на предметному склі, яке заздалегідь добре миють і висушують, оскільки домішки можуть змінити форму кристалів.

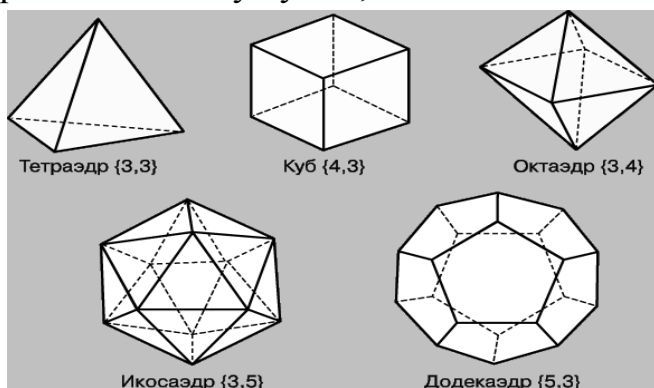


Рис. 17. Форми кристалів

Мікроскоп та техніка мікроскопування

Мікроскоп – оптичний прилад, призначений для розгляду об'єктів, невидимих неозброєним оком.

Такими об'єктами можуть бути мікроорганізми, тканини та окремі клітини, кристали солей та ін. Для мікроскопічного дослідження з них виготовляють препарати. Матеріали подрібнюють, просвічують, забарвлюють, кладуть у розчинні рідини, роблять мазки на предметних скельцях.

Для дослідження в галузі медицини, біології, мікробіології, хімії, як правило, використовують лабораторні мікроскопи типу МБІ-3, МБР-1, а також бінокулярний (БМ- 56), стереоскопічний (МБС-1) та ін.

Принцип роботи різних типів мікроскопів однаковий.

Будова мікроскопа

Мікроскоп складається з оптичної і механічної частин (рис.18).

Механічна частина складається зі штатива, коробки з мікро-механізмом, макромеханічного гвинта, тубусотримача, револьверної системи, предметного столика, гвинта та оправы конденсора, вилки для дзеркала. Ці деталі потрібні для зміцнення і пересування оптичних частин мікроскопа.

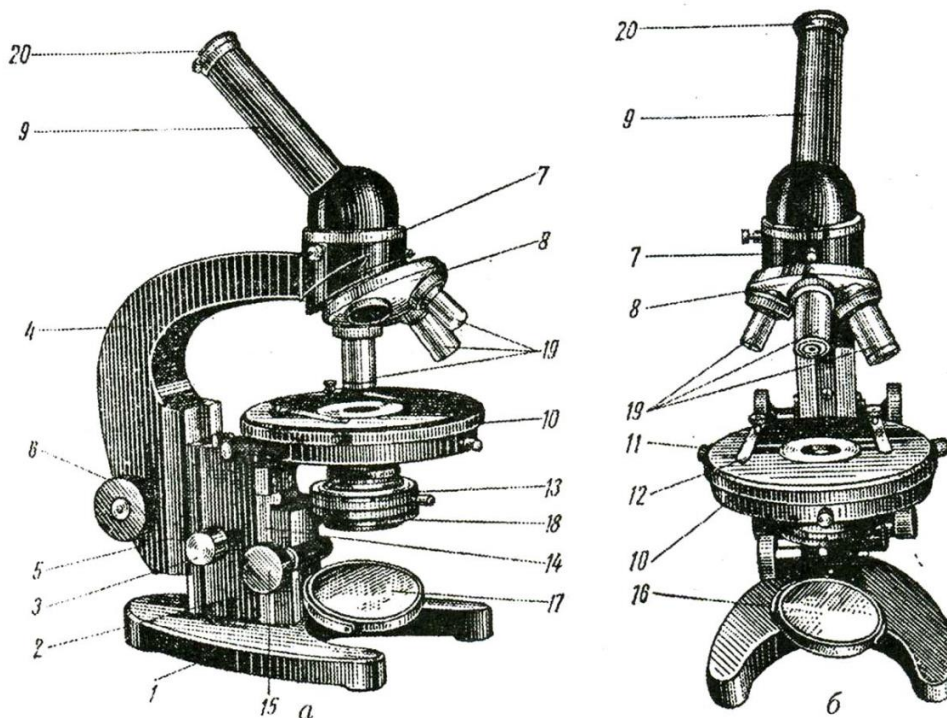


Рис. 18. Будова мікроскопа: а) вигляд збоку; б) вигляд спереду; 1 – черевики; 2 – коробка мікромеханізму; 3 – мікрогвинт; 4 – тубусотримач; 5 – механізм для грубої подачі тубуса; 6 – макрогвинт; 7 – головка з гніздом; 8 – револьверна система; 9 – тубус; 10 – предметний столик; 11 – гвинт; 12 – клема; 13 – оправа конденсора; 14 – кронштейн; 15 – гвинт; 16 – вилка; 17 – дзеркало; 18 – конденсор; 19 – об'єктив; 20 – окуляр.

Штатив є опорою всіх складових частин мікроскопа. Основа його – черевик підковоподібної форми (1), що надає мікроскопу стійкості. На ньому монтується коробка мікромеханізму (2), яка являє собою систему зубчастих коліс, що приводиться в дію поворотом мікрогвинта (3). Мікромеханізм потрібен для точного фокусування зображення, що дає змогу розглядати деталі. До коробки мікромеханізму кріпиться тубусотримач (4), який фіксує в певному положенні оптичні частини мікроскопа. У нижній його частині розміщений механізм для грубої подачі тубуса (5) за допомогою макрогвинтів (б), розміщених з обох сторін тубусотримача. Тубусотримач переміщується в межах 5–10 мм, встановлюючи фокусні відстані для об'єтивів з різним збільшенням.

Тубусотримач (4) мікроскопа типу МБІ має форму дуги. У верхній частині його розміщена головка з гніздом (7) для кріплення до тубуса револьверної системи (8). Тубус фіксується в гнізді за допомогою гвинта, послабивши який, легко повернути тубус праворуч і ліворуч. Тубус (9) закріплений похило, що створює кращі умови для роботи. Револьвер має чотири отвори з різьбою для загвинчування об'єтивів. Сферична його частина повертається, що дозволяє швидко замінити один об'єтив на інший. Предметний столик мікроскопа (10) призначений для розміщення і закріплення на ньому досліджуваного препарату. Він знаходиться над коробкою мікромеханізму – під револьвером і тубусом. Верхня частина предметного столика може повертатися за допомогою двох невеликих гвинтів (11), що знаходяться праворуч і ліворуч, та пружини, прихованої в передній частині столика. Це дає можливість переміщувати препарат відносно об'єктива в межах 8 мм і переводити частину, що цікавить досліджувача, в центр поля зору. В середині предметного столика є круглий наскрізний отвір, через який проходять промені світла, що освітлюють препарат. У верхній частині столика зроблено декілька малих отворів. Два з них потрібні для встановлення клем (12) металевих пружинних пластинок, призначених для закріплення препарату на предметному столику. В інших отворах можна закріпити препаратодій, за допомогою якого переміщують препарат на точно визначену відстань праворуч, ліворуч і вниз.

Оправа (гільза) конденсора (13) закріплена на кронштейні (14), розміщеному на коробці мікромеханізму під предметним столиком. Невеликий гвинт утримує конденсор у гільзі. За допомогою гвинта (15) конденсор можна переміщувати вгору і вниз на 20 мм. Під гільзою конденсора кріпиться вилка дзеркала (б).

Оптична частина складається з освітлювальної та збільшувальної систем.

Освітлювальна система включає в себе дзеркало (17) і конденсор (18) з діафрагмою.

Дзеркало мікроскопа направляє світло на об'єкт. Воно має дві відображальні поверхні: з одного боку плоску, а з іншого – увігнуту. Увігнуте дзеркало використовується під час роботи з штучним освітленням і об'єктивами малих збільшень. При природньому освітленні краще використовувати плоску поверхню дзеркала.

Дзеркало обертається на півкруглій вилці, яка повертається справа наліво, тому воно може переміщуватись у двох взаємно перпендикулярних напрямках, що дозволяє збільшувати освітлення.

Конденсор зосереджує промені світла, відображені дзеркалом на препараті. Конденсор складається з двох розгвинчуваних частин. Верхня частина, конусоподібна, вміщує одну або декілька лінз, верхня з яких повернута до отвору в предметному склі мікроскопа. Нижня частина, циліндрична, має одну лінзу. В її оправу вмонтована діафрагма, яка складається з окремих зігнутих металевих пластинок. Пластинки зміщуються, накладаються одна на одну завдяки руху з'єднаної з ними ручки. При цьому отвір діафрагми звужується або розширюється. Ступенем розкриття діафрагми регулюється світосила конденсора. При звуженні отвору діафрагми через конденсор проходять тільки промені, близькі до центра, чим досягається велика чіткість зображення. На конденсорі знизу є рухома оправка (рамка) для світлофільтра.

Світлофільтр матового або синього скла використовують для пом'якшення дуже яскравого світла.

Збільшувальна частина створює збільшувальне зворотнє і уявне зображення об'єкта. Вона складається з окуляра, встановленого в тубус, та об'єктива.

Об'єктив направлений на досліджуваний об'єкт (звідси і його назва). Він являє собою коротку металеву трубку, в якій монтується система лінз. Мікроскопи типу МБІ оснащені трьома об'єктивами $\times 8$, $\times 40$ і $\times 90$ (19), які дають відповідно мале, середнє і велике збільшення. Під об'єктивом $\times 90$ розглядають найменші об'єкти.

Об'єктиви вкручені в рухомий револьвер, поворотом якого один об'єктив легко замінити на інший. Це важливо, оскільки інколи деталь, помітну при малому збільшенні об'єкта, необхідно вивчити при великому збільшенні. Об'єктиви повинні бути централізовані, точка препарату, яка встановлена в центрі поля зору при слабкому об'єктиві, повинна залишатись у полі зору і сильнішого об'єктива. Для цього лінзи монтують так, щоб оптична вісь кожного об'єктива збігалася з оптичною віссю тубуса.

У верхній частині тубуса є окуляр (20), який складається з двох лінз, вставлених у металеву оправу. В окуляр спрямоване око дослідника. Для біологічних мікроскопів використовують окуляри із збільшенням у 7, 10 і 15 разів. На кожному об'єктиві і окулярі вигравіювана цифра, яка вказує збільшення.

Таким чином, найменше збільшення мікроскопів типу МБІ в 56 разів (8 – збільшення об'єктив-а, помножене на 7 – збільшення -окуляра), а найбільше – в 1350 (90x15). Око дослідника, мов продовжуючи оптичну систему мікроскопа, переломлює промені, які вийшли з окуляра, і будує збільшене зображення об'єкта на сітківці ока.

У мікроскопі типу МБІ, де тубус розміщений під кутом 45° до об'єктива, є доповнююча призма, яка змінює хід променів і спрямовує їх в окуляр.

Лінзи мікроскопа, які збільшують об'єкт, породжують і від'ємні явища, які заважають дослідженню. Бокові промені, які падають на краї лінзи, заломлюються найбільше і роблять зображення об'єкта розмитим, нечітким. Це явище називається *сферичною аберацією*. Крім цього, білий промінь світла, проходячи через лінзу, розкладається, тому зображення об'єкта бачимо в обрамленні веселки. Це явище називається *хроматичною аберацією*. Для усунення цих явищ в об'єктивах мікроскопа монтують цілу систему виправних лінз.

Правила роботи з мікроскопом

Для мікроскопування насамперед необхідно установити **добре освітлення** поля зору.

Під час роботи з природним освітленням робочий стіл лаборанта повинен стояти біля вікна, щоб світла було достатньо. Мікроскопувати рекомендується біля вікон, обернених на північ, оскільки прямі сонячні промені створюють надлишок освітлення, яке засліплює очі. Природне світло спрямовують у конденсор плоским дзеркалом. Конденсор повинен бути піднятий і діафрагма відкрита. Встановлюють об'єктив $\times 8$, окуляр $\times 7$ або $\times 10$. Контролюючи оком, повертають дзеркало до тих пір, поки поле зору не стане рівномірно та інтенсивно освітленим.

У разі природного освітлення освітлювач (типу ОІ-19) установлюють на відстані 10–12 см від дзеркала мікроскопа. Дзеркало повинно бути обернене до освітлювача увігнутою поверхнею і повернуте під кутом приблизно 45° до осі конденсора. Переміщуючи освітлювач, світло направляють на центр дзеркала, яке відбиває промені в лінзу конденсора.

Користуються також освітлювачами (типу ОІ-32, ОІ-35), які вставляють замість дзеркала в основі мікроскопа під конденсор. Пересуваючи патрон з

лампою вздовж осі освітлювача і повертаючи освітлювач навколо його осі, домагаються найінтенсивнішого освітлення поля зору мікроскопа. Щоб освітлення було більш рівномірне, в гніздо оправу освітлювача або в рухому оправу конденсора вставляють матове або сине скло.

Препарат кладуть на предметний столик, притискають клемами (12) і розглядають при малому збільшенні. Для цього препарат встановлюють під об'єктивом $\times 8$, конденсор (18) опускають, при сильному світлі закривають діафрагму.

Повертаючи макрогвинт (6), необхідно знайти робочу відстань між об'єктом і лінзою об'єктива (19), при якій отримаємо зображення. Для об'єктива $\times 8$ вона становить 10–12 мм. Обертаючи макрогвинт від себе, опускають тубус, обертаючи на себе – піднімають. Макрогвинтом обережно переміщують тубус до появи чіткого зображення об'єкта поля зору. Обертаючи верхню частину предметного скла, гвинтами (11) встановлюють у центрі поля зору ту частину об'єкта, яку потрібно розглядати при великому збільшенні. Потім, не піднімаючи тубус, потрібно повернути револьвер так, щоб помістити над об'єктом об'єктив $\times 40$. Світло необхідно посилити: відкрити діафрагму і трохи підняти конденсор до середнього положення. Знову знаходять робочу відстань між об'єктивом $\times 40$ і об'єктом. Для цього об'єктива воно дорівнює близько 2–3 мм.

Фокусування проводять дуже обережно, щоб не допустити зіткнення об'єктива з препаратом і пошкодження того чи іншого, оскільки об'єктив майже торкається препарату. Під контролем ока терміново піднімають тубус до отримання зображення об'єкта. Обертанням мікрогвинта (3) домагаються чіткості зображення.

Імерсійне мікроскопування використовують в разі необхідності великого збільшення. На препарат, а в деяких випадках на верхню лінзу конденсора наносять краплю імерсійної олії. Для імерсії використовують кедрову олію. Освітлення повинно бути сильним, конденсор піднятий повністю і діафрагма відкрита. Імерсійну олію використовують для створення між препаратом і об'єктивом однорідного середовища, яке заломлює світлові промені так само, як і лінзи об'єктива. Це сприяє отриманню чіткого зображення при великому збільшенні.

Препарат кладуть на предметний столик і притискають клемами. Об'єктив $\times 90$ занурюють у краплю імерсійної олії до зіткнення з препаратом. Потім, дивлячись в окуляр, піднімають тубус дуже обережними рухами макрогвинта, оскільки робоча відстань між об'єктивом і об'єктом у цьому випадку становить 1–1,5 мм. За допомогою мікрогвинта отримують чітке зображення і розглядають об'єкт пошарово. Працюючи мікрогвинтом, слід

повернути його повільно на неповний оберт. Заборонено багаторазово обертати мікрогвинт: це розладнає мікромеханізм, що призведе до порушення регулювання та зменшення чіткості зображення.

Мікроскопію слід вести поетапно лівим або правим оком. Для запобігання втоми обоє очей повинні бути відкриті.

Сидіти під час роботи потрібно зручно, не нахиляючись низько до окуляра. Після кожної години мікроскопування слід 10 хв відпочити.

Догляд за мікроскопом та його зберігання

У неробочий час мікроскоп зберігається в спеціальному ящику або під поліетиленовим футляром. Після роботи мікроскоп необхідно витерти м'якою ганчіркою, зволоженою бензином. Робити це потрібно обережно, тому що органічні розчинники руйнують смоли, якими склеєні лінзи об'єктива. Не дозволяється імерсійну олію замінювати на рослинні або мінеральні.

Не можна торкатись пальцями до поверхні лінз, тому що на них залишаються масні сліди, які порушують чіткість зображення.

Якщо на фронтальну лінзу об'єктива або окуляра потрапив пил, її дуже обережно протирають ганчіркою, ледь зволоженою бензином. Якщо засмічені внутрішні частини об'єктивів або окулярів, то чистити їх рекомендується в спеціальних майстернях. Розбирати об'єктив студентам заборонено.

Щоб зберегти чорний зовнішній вигляд мікроскопа, його необхідно періодично протирати тканиною, зволоженою безкислотним вазеліном, а потім сухою м'якою ганчіркою.

Хід роботи

- I. Розглянути особливості складових компонентів мікроскопа.
- II. Ознайомитися з основними правилами роботи з мікроскопом. Законспекуйте і запам'ятайте ці правила.

Техніка мікроскопування

1. Установіть добру освітленість поля зору мікроскопа.
2. Помістіть досліджуваний препарат на предметний столик.
3. Притисніть препарат клемами.
4. Поверніть макрогвинт, знайдіть робочу відстань між об'єктом і лінзою об'єктива.
5. Опустіть тубус, повертаючи макрогвинт від себе.
6. Підніміть тубус, повертаючи макрогвинт до себе.

7. Поверніть верхню частину предметного столика гвинтами, встановивши в центрі поля зору ту частину об'єкта, яку треба розглядати при великому збільшенні.
8. Поверніть револьвер так, щоб об'єктив помістився над досліджуваним препаратом.
9. Підсильте світло: відкрийте діафрагму і підніміть конденсор до середнього положення.
10. Фокусування проводьте обережно, щоб не допустити зіткнення об'єктива з препаратом.
11. Підніміть тубус до отримання зображення об'єктива (під контролем ока).
12. Добийтеся чіткості зображення поворотом мікрогвинта.

III. Виконати завдання 1–5.

Завдання 1

Проведіть пробу солей на забарвлення полум'я

Досліджувану речовину (кожний студент одержує індивідуальний зразок солі) на петлі платинового дротика вносять у безбарвне полум'я пальника. Заповніть таблицю і зробіть висновок.

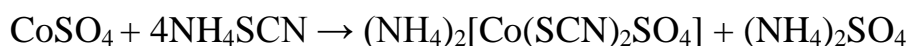
Забарвлення полум'я досліджуваними елементами

<i>Елемент</i>	<i>Забарвлення полум'я</i>	<i>Спостереження</i>	<i>Висновок про присутність елемента</i>
Натрію	Яскраво-жовтий		
Калію	Фіолетовий		
Кальцію	Цегляно-червоний		
Стронцію	Карміново-червоний		
Барію	Жовто-зелений		
Літію	Малиновий		
Купрум і бору	Яскраво-зелений		
Плюмбум і арсенію	Блідо-голубий		

Завдання 2

Провести реакції методом розтирання порошків

У дві фарфорові ступки помістіть декілька кристалів сульфату кобальту(II) та хлориду заліза(III). Додайте кілька кристалів твердого тіоціанату амонію та розітріть суміші. З'являється синє забарвлення комплексної солі $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_2\text{SO}_4]$ та червоне забарвлення $(\text{NH}_4)_3[\text{Fe}(\text{SCN})_6]$:

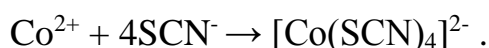


Зробіть висновок, щодо вимог до реакцій, які можна проводити методом розтирання.

Завдання 3

Провести екстракційні кольорові реакції

3.1. Амоній тіоціанат (роданід) NH_4SCN утворює з йонами Кобальту(II) комплексний тетрароданокобальтат(II)-іон синьо-блакитного кольору:

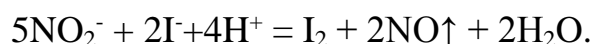


Цей комплекс нестійкий у водному середовищі, більш стійкий в ефірі або спирті.

Виконання 1: До 2–3 крапель розчину солі Кобальту(II) додають таку саму кількість розчину реактиву, 1 мл алілового спирту і суміш добре перемішують. Спостерігають забарвлення верхнього шару спирту в синьо-блакитний колір.

Виконання 2 (крапельний спосіб): Реакцією з NH_4SCN можна проводити на фільтрувальному папері. Для цього на папір наносять краплю розчину тіоціанату амонію, краплю розчину, що аналізується, папір витримують у парах аміаку і підсушують над полум'ям пальника. У присутності Co^{2+} периферична частина плями набуває синього забарвлення.

3.2. Калій йодид KI у кислому середовищі окиснюється нітритами до вільного йоду:



Виконання 1: Йод, що виділяється, забарвлює органічний шар у фіолетовий колір.

До розчину калію йодиду додають розведену сірчану кислоту, розчин нітриту натрію або розчину хлориду заліза(III) і 2 мл хлороформу. При збовтуванні хлороформний шар забарвлюється в фіолетовий колір.

Виконання 2 (крапельний спосіб): Йод, що виділяється, забарвлює крохмаль у синій колір.

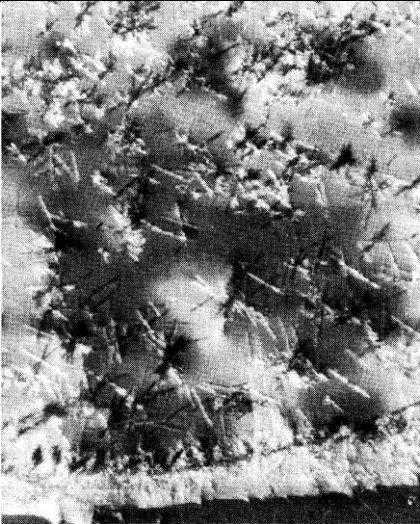
На йодкрохмальний папірець наносять краплю розчину натрій нітриту і краплю розчину сульфатної кислоти. Спостерігають за утворенням синьої плями.

Завдання 4

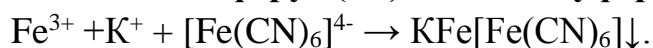
1. Проведіть реакції «мокрим» способом, використовуючи крапельний, пробірковий і мікрокристалічний спосіб проведення реакцій.

А) Іони кальцію з розчином сірчаної кислоти або її солями утворюють характерні голчасті кристали гіпсу $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:



Спосіб виконання	Пробірковий	Крапельний	Мікрокристалоскопічний
Методика виконання	До 2–3 краплин солі кальцію додати 4–5 краплин солі сульфатної кислоти, наприклад Na_2SO_4 або $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	Краплю досліджуваного розчину солі кальцію, наносять на клаптик фільтрувального паперу і добавляють краплю розчину натрій сульфату	На предметне скло нанесіть краплю розчину солі Ca^{2+} , краплю 2 н розчину Na_2SO_4 , трохи упарте, поки з'явиться облямівка по краях краплі. Скляною паличкою перемішайте розчини. Кристали, що утворились, – оберемки невеликих голок – розгляньте під мікроскопом
Спостереження			
Висновок			

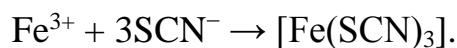
Б) Калій гексаціаноферат (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (жовта кров'яна сіль) у слабко кислотному середовищі утворює темно-синій осад берлінської блакиті з солями заліза – калій-ферум(III) гексаціануферату (II):



Виконанню цієї реакції перешкоджають окисники, які також взаємодіють з цим реактивом.

Спосіб виконання	Пробірковий	Крапельний	Мікрокристалоскопічний
Методика виконання	До 3–4 крапель солі Феруму(III) додають 2–3 краплі хлоридної кислоти і 3–4 краплі реактиву	Краплю досліджуваного розчину солі заліза, наносять на клаптик фільтрувального паперу і додають краплю розчину калій гексаціаноферату(III)	На предметне скло нанесіть краплю розчину солі Fe ³⁺ , краплю розчину K ₄ [Fe(CN) ₆], трохи упарте, поки з'явиться облямівка по краях краплі. Скляною паличкою перемішайте розчини. Кристали, що утворились розгляньте під мікроскопом
Спостереження	Спостерігають утворення осаду берлінської блакиті		
Висновок			

В) Реакція солей заліза(III) з тіоціанатом (роданідом) амонію Солі Fe³⁺ утворюють з тіоціанат-іоном комплексну сполуку, забарвлену в червоний колір:



При надлишку реагенту утворюються комплексні іони змінного складу: [Fe(SCN)₄]⁻, [Fe(SCN)₅]²⁻, [Fe(SCN)₆]³⁻.

Спосіб виконання	Пробірковий	Крапельний	Мікрокристалоскопічний
Методика виконання			
Спостереження			
Висновок			

Г) Реакція солей алюмінію з амоній гідроксидом

Солі Al³⁺ осаджуються розчином аміаку у вигляді аморфного осаду – гідроксиду алюмінія та не розчиняються в надлишку реактиву:



Спосіб виконання	Пробірковий	Крапельний	Мікрокристалоскопічний
Методика виконання	До 2–3 крапель розчину солі відповідного металу додають 2–3 краплі розчину NH_4OH		
Спостереження			
Висновок			

2. *Зробіть висновок, щодо вимог до реакцій, які можна проводити пробірковим, крапельним та мікрокристало-скопичним способами.*

Пробірковим способом можна проводити реакції

Крапельним способом можна проводити реакції

Мікрокристалоскопічні реакції можна проводити

Питання для самоконтролю

1. З яких частин складається мікроскоп?
2. Що входить до механічної, освітлювальної і збільшувальної частини мікроскопа?
3. Що означають цифри, вигравірувані на об'єктивах і окулярах?
4. Які межі збільшення мікроскопа?
5. Яке збільшення мікроскопа при об'єктиві $\times 40$ і окулярі $\times 10$, при об'єктиві $\times 8$ і окулярі $\times 15$?
6. Яке призначення конденсора?
7. Яке зображення дає мікроскоп?
8. Способи проведення хімічних реакцій.
9. Який колір полум'я дають s-метали?
10. Техніка проведення крапельних реакцій.
11. Техніка проведення мікрокристалоскопічних реакцій.
12. Техніка проведення реакцій в пробірках.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 6

Визначення розчинності речовин. Фільтрування та центрифугування

Матеріальне забезпечення

Кристалічні речовини: йод, NH_4NO_3 або NaNO_3 , NaOH та NaCl ; розчини бензолу, спирту, гліцерину; дистильована вода; пробірки, штатив з лапкою, газовий пальник, щипці, термометр, центрифуга, фільтри паперові.

Навчальна мета роботи

Знати:

1. Поняття розчинності. Залежність розчинності речовин від температури.
2. Способи фільтрування.
3. Принципи роботи центрифуги.
4. Правила безпеки під час фільтрування під вакуумом, центрифугування.

Уміти:

1. Дослідити процеси розчинення рідких, твердих, газоподібних речовин.
2. Фільтрувати.
3. Центрифугувати.
4. Дотримуватися правил безпеки під час фільтрування під вакуумом, центрифугування, дистиляції.

План проведення заняття:

1. Розчинність.
2. Фільтрування.
3. Центрифугування.
4. Визначити розчинність речовин у воді.
5. Вивчити зміну температури при розчиненні речовин.

Не всі речовини однаково розчиняються у воді. Кількісно здатність розчинятися у воді визначається фізичною величиною — розчинністю.

Розчинність – це фізична величина, що показує, яку масу певної речовини можна розчинити в 1 л розчинника за певних температури й тиску. Зазвичай розчинником вважають ту речовину, яка в чистому вигляді існує в тому ж агрегатному стані, що й розчин, який утворився. Якщо речовини до розчинення знаходилися в однаковому стані, розчинником вважають речовину, яка знаходиться в суміші в значно більшій кількості.

Розчинність	Це властивість речовин розчинятися у воді
	Визначається масою розчиненої речовини в 100 г води за певної температури
	Виражається в (г/100г)
	Залежить від природи речовини, температури та тиску.

З життєвого досвіду вам відомо, що розчинність речовин не є безмежною.

Розчинність залежить від природи розчинника і розчиненої речовини, їх агрегатного стану, температури і тиску (для газів).

За ступенем розчинності речовини можна розділити на:

- **практично нерозчинні** (аргентум хлорид – 0,0015 г/л);
- **малорозчинні** (гіпс – 2 г/л);
- **добре розчинні** (цукор – 2000 г/л).

Основний вплив на розчинення рідин має природа розчиненої речовини і розчинника.

З часів алхімії відомо «золоте правило» – **подібне розчиняється у подібному**. Так, у полярних розчинниках (вода та інші) добре розчиняються речовини з йонним і ковалентним полярним зв'язками (кислоти, солі, луки). У неполярних розчинниках, як правило, розчиняються речовини з неполярним зв'язком (водень, сірка, вуглець та інші). Розчинність кислот, основ і солей можна визначити, користуючись таблицею розчинності.

Розчинність кислот, основ і солей у воді

Аніони	Катіони																		
	H ⁺	K ⁺	Na ⁺	NH ₄ ⁺	Ba ²⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Al ³⁺	Cr ³⁺	Fe ²⁺	Fe ³⁺	Ni ²⁺	Mn ²⁺	Zn ²⁺	Ag ⁺	Hg ²⁺	Cu ²⁺	Pb ²⁺	Sn ²⁺
OH ⁻		Р	Р	Р	Р	М	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	–	–	Н	Н	Н
Cl ⁻	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Н	Р	Р	М	Р
Br ⁻	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Н	М	Р	М	Р
I ⁻	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	–	Р	Р	Р	Н	Н	–	Н	М
S ²⁻	Р	Р	Р	Р	Р	М	М	–	–	Н	–	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н
SO ₃ ²⁻	Р	Р	Р	Р	Н	Н	Н	–	–	Н	–	Н	Н	Н	Н	–	–	Н	–
SO ₄ ²⁻	Р	Р	Р	Р	Н	М	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	М	Р	Р	Н	Р
PO ₄ ³⁻	Р	Р	Р	Р	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	–	Н	Н	Н
CO ₃ ²⁻	Р	Р	Р	Р	Н	Н	Н	–	–	Н	–	–	Н	Н	Н	–	Н	Н	–
SiO ₃ ²⁻	Н	Р	Р	–	Н	Н	Н	Н	–	Н	Н	–	Н	Н	–	–	Н	Н	–
NO ₃ ⁻	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р
Cl, COO ⁻	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	–	Р	Р	–	Р	Р	Р	М	Р	Р	Р	Р

Примітка: **Р** - розчинні; **М** - малорозчинні; **Н** - практично нерозчинні;
риска - сполука розкладається або не існує

Розчинність більшості твердих речовин (за винятком небагатьох, наприклад, гіпсу, вапна) з підвищенням температури зростає.

Тиск практично не впливає на розчинність твердих речовин і рідин. Розчинність газів буває різною. Деякі гази (водень, інертні гази) є малорозчинними у воді. Інші гази (амоніак, гідроген хлорид) – добре розчинні.

Розчинність газів зростає при зниженні температури і підвищенні тиску.

Агрегатний стан розчиненої речовини	Приклади речовин	Зміна розчинності речовин при збільшенні	
		температури t	тиску P
твердий	NaCl, цукор	в залежності від природи речовин, але найчастіше збільшується	не змінюється
рідкий	спирт, гліцерин		
газоподібний	O ₂ , CO ₂ , NH ₃	зменшується	збільшується

Розчин, у якому певна речовина за певних температури й тиску більше не розчиняється, називається насиченим.

Розчин, у якому вміст розчиненої речовини менший за розчинність за певної температури, називається ненасиченим.

— Як можна з насиченого розчину зробити ненасичений? (Нагріти, додати розчинник)

— А чи можна з ненасиченого розчину зробити насичений? (Остудити, додати розчинної речовини, випарити розчинник)

У результаті повільного охолодження насиченого розчину можна одержати пересичений розчин.

Такі розчини використовують для вирощування кристалів. Це дуже нестійкі системи, за найменшого впливу надлишок речовини випадає в осад.

Ненасичені розчини умовно поділяють на концентровані – з високим вмістом розчиненої речовини, і розведені – з низьким вмістом розчиненої речовини.

Фільтрування

Фільтрування – це процес руху рідини або газу через пористу перегородку, який супроводжується осадженням на ній твердих частинок.

Фільтрувальними матеріалами можуть бути органічні та неорганічні речовини: волокнисті (вата, вовна, тканини, синтетичні волокна); зернисті (кварцовий пісок); пористі (папір, кераміка). Вибір фільтрувального матеріалу залежить від вимог до чистоти розчину, а також від його властивостей.

Щоб відокремити від розчину нерозчинні домішки, його фільтрують крізь дрібнопористий матеріал, який затримує нерозчинні частинки. Найчастіше фільтрують крізь фільтри, які виготовляють з фільтрувального паперу. Для цього вирізують квадратик з фільтрувального паперу, складають його вдвоє, а потім ще раз удвоє. Складений вчетверо квадрат обрізують по дузі кола так, щоб утворився сектор. Потім відхиляють один шар паперу в секторі і одержують конус. Його вставляють у лійку так, щоб він усією поверхнею щільно прилягав до поверхні лійки, змочують фільтр водою і обережно притискають до стінок лійки. Розмір фільтра потрібно вибирати такий, щоб верхній край уставленого в лійку фільтра був нижче від верхнього краю лійки не менше ніж на 0,5 см.

Для фільтрування осадів у гравіметричному аналізі використовують *беззольні фільтри*. Беззольні фільтри бувають різного діаметра (5–15 см). На кожній пачці зазначено масу золи одного фільтра, яка не перевищує 0,1 мг. За розміром пор беззольні фільтри поділяють на три види: найщільніші (позначені *синьою* смужкою), проміжної щільності (*білою*), найменш щільні (*червоною*). Фільтри із синьою смужкою використовують для фільтрування дрібнокристалічних осадів (BaSO_4).

Для фільтрування аморфних осадів користуються фільтрами з червоною смужкою.

Якщо осад після фільтрування не використовують, то фільтрувати можна за допомогою складчастого фільтра. Це буває набагато швидше, ніж через гладкий фільтр. Складчастий фільтр виготовляють із гладкого фільтра: розкривають гладкий фільтр і перегинають його сектор послідовно то в один, то в другий бік у вигляді гармошки, її розправляють і одержують складчастий фільтр.

Для фільтрування осадів, які переводять у вагову форму висушуванням, користуються *скляними тиглями* або *лійками з пористим дном*. Пористі пластинки виготовляють, опікаючи скляний порошок. Промисловість виготовляє чотири види таких тиглів і лійок, які різняться між собою розміром пор. Фільтрування через такі тиглі і лійки проводять під вакуумом. Відфільтрований і промитий осад можна в такому тиглі висушувати за температури до 180 °С (не вище!).

Фільтрувати можна різними способами: у звичайних умовах, при нагріванні під вакуумом.

Розчин, який відфільтровується і витікає з лійки, називається фільтратом.

Якщо треба відфільтрувати гарячий розчин, то застосовують спеціальну лійку для гарячого фільтрування з електричним або водяним підігрівом. Скляна

лійка з фільтром нагрівається металевою лійкою з боковим відростком. У лійці з електричним підігрівом між металевими стінками вмонтований нагрівальний елемент. Між стінками металевої лійки наливають воду. Після того як скляна лійка прогріється, підставляють склянку і швидко фільтрують гарячий розчин.

Фільтруванням під вакуумом краще відділяється тверда речовина від рідини і збільшується швидкість процесу. Для цього збирають прилад, що складається із пристрою для фільтрування (лійки Бюхнера, сполученої з колбою Бунзена), склянки, водоструминного насоса.

Ефективність процесу фільтрування оцінюється швидкістю і повнотою відділення твердих частинок від рідини або газу. На нього впливають: в'язкість (легше фільтруються рідини з малою в'язкістю); температура (чим вища температура, тим легше фільтрується розчин, оскільки в'язкість рідин зменшується при нагріванні); тиск (чим більша різниця тисків по обидва боки фільтра, тим вища швидкість фільтрування); розмір і характер частинок твердої речовини (чим більший розмір частинок порівняно з розміром пор фільтра, тим швидше й легше проходить фільтрування).

Центрифугування

Цю операцію застосовують тоді, коли фільтрувальні речовини забивають пори фільтра, псується при зіткненні з фільтрувальним матеріалом або вони дрібнодисперсні.

Для центрифугування застосовують центрифуги. Розчини наливають у спеціальні пробірки, які розміщують попарно одна навпроти другої.

При обертанні центрифуги з великою швидкістю під дією відцентрової сили частини речовини, вміщеної в центрифугу, відкидаються від центра і збираються на дні посудини.

При роботі з центрифугою необхідно дотримуватися таких правил:

- центрифугу розміщують на стійкому важкому столі;
- під час центрифугування кришка центрифуги повинна бути затиснута спеціальними затискачами;
- центрифугувати можна тільки парну кількість пробірок з однаковими масами речовин, розміщеними одна навпроти другої. Якщо кількість пробірок непарна, то ставлять одну пробірку з дистильованою водою;
- після вимкнення центрифуги треба зачекати, поки вона не перестане обертатися, а потім відчинити кришку.



Рис. 19. Центрифуга

Хід роботи

Завдання 1

Визначити розчинність деяких речовин

Розчинність визначають наступним чином: відважену масу (0,1 г) попередньо розтертої в порошок речовини (борна кислота, натрію хлорид, магнію оксид, калій бромід, калій йодид) вносять в відміряний об'єм розчинника, відповідний мінімальному його об'єму (таблиця 7). Потім додають розчинник до максимального його об'єму, при якому в розчині незброєним оком не виявляються частинки препарату. Процес розчинення здійснюється в розчинниках, які мають температуру 20°C, масу препарату відважують на вагах з точністю до 0,01 г з таким розрахунком, щоб на встановлення розчинності води витрачалася не більше 100 мл, а органічних розчинників – не більше 10–20 мл. Отримані відомості оформляють у вигляді таблиці, користуючись скороченими позначеннями умовних термінів (таблиця 6,7).

Таблиця 6

Розчинність деяких речовин при температурі 15–25 °С

Термін	Скорочене позначення терміну	Мінімальний обсяг розчинника на 1,0 г речовини, мл	Максимальний обсяг розчинника на 1,0 г речовини, мл
Дуже легкорозчинний	д.лр.	-	1
Легкорозчинний	лр.	1	10
Розчинний	р.	10	30
Помірно розчинний	п.р	30	100
Малорозчинний	мр.	100	1000
Дуже малорозчинний	д.мр.	1000	10000
Практично нерозчинний	пр.нр.	-	Більш 10000

Таблиця 7

Результати визначення розчинності речовин (в мл на 0,1 г препарату)

Речовина	Вода, мл				Етанол, мл			
	0,1	1	3	10	0,1	1	3	10
Калія бромід								
Калію йодид								
Кислота борна								
Натрію хлорид								

**Розчинність деяких речовин в терминах та коефіцієнт розчинності г
на 100 г розчинника**

Речовина	Розчинність у воді на 100 г	Розчинність в етанолі на 100 г	Розчинність в терминах
Калій бромід	65,5 г	0,46 г	Легко розчинний у воді, мало розчинний в спирті
Калій йодид	144 г	1,75г	Дуже легкорозчинний у воді, розчинний у спирті
Кислота борна	5,04 г		Розчинна у воді та спирті
Натрій хлорид	36 г	0,1г	

Завдання 2

Зміна температури при розчиненні речовин

У три пробірки налити до 1/3 об'єму дистильованої води і виміряти її температуру. У першу пробірку всипати на кінці шпателью (біля 1 г) кристаликів амоній нітрату, розчинити його при перемішуванні і виміряти температуру. У другу та третю пробірки додати 1–2 шматочки луґу та кристалики кухонної солі відповідно і після розчинення виміряти температуру утворених розчинів.

Записати спостереження. Зробити висновок, якими тепловими ефектами може супроводжуватись процес розчинення.

Завдання 3

Залежність розчинності солей від температури

Налити у пробірку 0,5 мл розчину плюмбум(II) нітрату і додати кілька крапель розчину калій йодиду. Спостерігати утворення осаду та відмітити його колір. Долити в пробірку дистильовану воду (1/2 об'єму) і обережно нагріти. Коли вся сіль розчиниться, охолодити пробірку під проточною водою. Відмітити утворення кристалів PbI_2 з перенасиченого розчину.

Зробити висновок про залежність розчинності твердих речовин від температури. Дати визначення насиченим і ненасиченим розчинам.

Завдання 4

Відділення осадів центрифугуванням та фільтруванням

Одержати осадки барій сульфату, плюмбум йодиду, алюміній гідроксиду та відділити з розчину.

Фільтрування

1. Покладіть у середину лійки фільтрувальний папір, який відповідає структурі осаду.
2. Приготуйте з фільтрувального паперу простий або складний фільтр.
3. Вкладіть фільтр у лійку так, щоб його верхній край був не нижче ніж на 0,5–1 см від позначки.
4. Змочіть вкладений фільтр дистильованою водою з промивалки або фільтрувальним матеріалом і притисніть його пальцем до скла.
5. Закріпіть лійку на кільці штативу так, щоб кінець лійки торкався стінки посудини.
6. Зливайте рідину по скляній паличці, притиснувши до стінок лійки (рідина повинна стікати по паличці, не розбризкуючись).
7. Тримайте паличку лівою рукою вертикально над лійкою так, щоб нижній кінець палички був близько до фільтрату (паличка не повинна торкатися фільтра, щоб не порвати його).

Фільтрування під вакуумом

1. Зберіть прилад, який складається з водострумного насоса, запобіжної склянки, колби Бунзена і лійки Вюхнера або тигля для фільтрування (тиглі Шота або тиглі Гуча).
2. Увімкніть водострумний насос.
3. Налийте з промивалки небагато дистильованої води на фільтр і притисніть краї фільтра до дна лійки.
4. Стежте за тим, щоб осад не переповнював лійку.
5. Фільтрат, який збирається в колбі Бунзена, не повинен доходити до відростка, який сполучає колбу із запобіжною склянкою.
6. Якщо фільтрату назбиралося багато, фільтрування припиніть, спорожніть колбу Бунзена і тільки після цього відновіть роботу.
7. Від'єднайте колбу Бунзена від запобіжної склянки.
8. Вимкніть водострумний насос.
9. Вийміть лійку з колби, поверніть її над фільтрувальним папером (або яким-небудь підготовленим посудом).
10. Постукайте по стінках лійки так, щоб з неї випав осад.

Центрифугування

2. Розмістіть центрифугу на стійкому важкому столі.
3. Помістіть центрифужні пробірки з однаковими масами речовин попарно одна навпроти другої.

4. Якщо кількість пробірок непарна, то поставте одну пробірку з дистильованою водою.
5. Затисніть кришку центрифуги спеціальними затискачами.
6. Увімкніть центрифугу на заданий режим роботи.
7. Вимкніть центрифугу, зачекайте, поки вона не перестане обертатися.
8. Відкрийте кришку.
9. Вийміть пробірки, відділіть центрифугат від осаду.

Питання для самоконтролю

1. Пояснити, що називають розчином, розчинником, розчиненою речовиною. Від яких факторів і як залежить розчинність твердих, рідких і газоподібних речовин?
2. Для яких цілей газовані напої перед вживанням охолоджують?
3. 140 г калій дихромату розчинили при 80 °С у 200 мл води. Після кристалізації при 0 °С одержали 110 г чистої солі. Який практичний вихід продукту (%)? (За таблицею розчинності у 1 л води при 0 °С може розчинитись 50 г дихромату.)
4. Що таке фільтрування?
4. Які існують фільтрувальні матеріали?
5. Які є способи фільтрування? У чому їхня суть?
6. Що таке центрифугування?
7. Призначення та принципи роботи центрифуги.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 7

Приготування розчинів різної концентрації

Матеріальне забезпечення

Піпетки, мірні колби, конічні колби, мірні стакани, стандарт-титри (фіксанали), технічні терези, різноваги, аналітичні терези.

Навчальна мета

Знати:

1. Техніку приготування розчинів з точною та приблизною концентраціями.
2. Види концентрацій.
3. Способи приготування стандартних розчинів.

Уміти:

1. Розраховувати і готувати молярні розчини та молярні розчини еквівалентів солей, кислот, лугів.
2. Готувати розчини за точно взятою наважкою.
3. Готувати розчини за приблизно взятою наважкою.
4. Готувати точний розчин кислоти із концентрованого.
5. Готувати точний розчин з фіксаналів.

План проведення заняття

1. Масова частка, молярна, моляльна, еквівалентні концентрації.
2. Приготування розчинів з наважки.
3. Приготування розчинів розведенням.
2. Первинні та вторинні стандарти
3. Приготування розчинів із фіксаналів.

Теоретичні відомості

Дисперсні системи. Розчини

Системи, в яких одна речовина рівномірно роздібнена до частинок мікроскопічних розмірів у іншій, називають *дисперсними*.

Дисперсні системи складаються із дисперсної фази та дисперсійного середовища. Прикладами дисперсних систем є дим, туман тощо. У димі дисперсною фазою є частинки сажі, в тумані – частинки води. Дисперсійним середовищем в обох випадках є повітря.

Залежно від агрегатного стану дисперсної фази дисперсні системи поділяють на грубодисперсні, колоїдні системи та справжні розчини.

Грубодисперсні системи характеризуються розміром частинок більше ніж 100 нм. Їх поділяють на суспензії та емульсії.

Суспензії – це дисперсні системи, в яких дисперсною фазою є тверда речовина, а дисперсійним середовищем – рідина, при цьому тверда речовина та рідина нерозчинні одна в одній (порошок крейди у воді).

В емульсіях дисперсною фазою та дисперсійним середовищем є рідина. Прикладом емульсії є молоко, в якому дрібні кульки масла плавають у рідині. Суспензії та емульсії являють собою гетерогенні системи. Стійкість суспензій та емульсій залежить від розміру частинок: чим дрібніші частинки, тим довше вони існують.

Колоїдні системи характеризуються розміром частинок дисперсної фази від 1 до 100 нм. Колоїдні частинки складаються з великої кількості молекул або йонів. Вони є високодисперсними (ультрамікрогетерогенними) системами, які агрегативно нестійкі. Без спеціальної стабілізації колоїдні частинки об'єднуються й осідають. Прикладами колоїдних систем є розчини желатину, клею, деяке кольорове скло. Більшість основ існують у вигляді колоїдних систем.

У процесі утворення справжніх розчинів розчинена в них речовина розкладається на молекули або йони. Розчинена речовина та розчинник утворюють одну рідку фазу, не розділену на дисперсну фазу та дисперсійне середовище.

Розчинами називають однорідні (гомогенні) системи, які складаються з двох або більше компонентів, відносна кількість яких може змінюватися в широких межах без порушення однорідності.

Компонентами розчину називають розчинник, розчинені в ньому речовини та іноді продукти їх взаємодії.

Розчинник – це середовище, в якому розчинені речовини рівномірно розподілені у вигляді молекул або йонів.

Розчинником прийнято вважати компонент, агрегатний стан якого не змінюється при утворенні розчину або вміст якого переважає вміст інших компонентів. Вода – завжди розчинник, незалежно від її кількості. Поняття *розчинник і розчинена речовина* умовні. Наприклад, при змішуванні чистої води та твердої речовини солі одержують рідкий розчин. У даному випадку розчинником є вода. Якщо обидва компоненти до розчинення перебували в одному агрегатному стані, то розчинником вважається компонент, взятий у більшій кількості, а якщо їхні об'єми однакові, то байдуже, який із компонентів називати розчинником, а який розчиненою речовиною.

Розчини класифікують за рядом ознак:

- залежно від природи розчинника розчини поділяють на водні та неводні (спиртові, бензольні тощо);
- залежно від концентрації йонів гідрогену розчини можуть бути кислими, нейтральними та лужними;
- залежно від агрегатного стану розчинника та розчиненої речовини розчини поділяють на газоподібні, рідкі та тверді. Прикладом газоподібних розчинів є повітря. Воно складається з азоту, кисню, оксиду карбону(IV), водяної пари та благородних газів. Молекули цих речовин, незалежно від їхнього походження, поведуть себе як молекули газу, тобто повітря є гомогенною системою. До твердих розчинів належить більшість металевих сплавів. Сталь, наприклад, є кристалічним розчином карбону в залізі.

Найбільше поширені і вивчені рідкі водні розчини. Це пояснюється тим, що більшість хімічних реакцій відбуваються у водних розчинах, оскільки лише в них є сприятливі умови для пересування та тісного зближення частинок, які необхідні для виявлення хімічних сил. Велику роль відіграють розчини у життєдіяльності живих організмів. Процеси засвоєння поживних речовин людиною, твариною та рослиною пов'язані з переходом харчових речовин у розчин. Розчинами є важливі фізіологічні рідини – кров, лімфа тощо. Важливе значення мають розчини у фармацевтичній практиці. Це найбільша група серед лікарських форм. Розчини мають ряд переваг: швидше всмоктуються організмом людини, (отже, швидше досягається лікувальний ефект) виключається подразнення слизової оболонки, зручні для вживання. Технологія приготування та дозування розчинів відзначається простотою.

Рідкі розчини можна одержати розчиненням газу в рідині (наприклад, газувана вода є розчином оксиду карбону(IV) у воді), рідини в рідині (розчин спирту у воді), твердої речовини в рідині (розчин солі у воді) тощо.

Гранично можлива концентрація розчиненої речовини, що відповідає фазовій рівновазі, називається розчинністю цієї речовини в даному розчиннику при даних температурі й тиску. Розчин, що перебуває у фазовій рівновазі з розчиненою речовиною, називають насиченим. Насичений розчин може існувати тільки в контакті (через поверхню поділу фаз) з розчиненою речовиною. Насичені розчини можуть бути як концентрованими, так і розведеними залежно від значення розчинності речовин. Наприклад, насичений розчин AgNO_3 містить при $20\text{ }^\circ\text{C}$ 216 г солі в 100 г води, а насичений розчин AgBr при тій же температурі всього $1,2 \cdot 10^{-5}$ г у тій же кількості води. Речовини будь-якого агрегатного стану можуть утворювати в певних умовах пересичені розчини, тобто такі, у яких вміст розчиненої речовини більше, ніж у насичених

розчинах тих же речовин при однакових температурі й тиску. Такі розчини вкрай нестійкі й при контакті з розчиненою речовиною переходять у насичені, виділяючи надлишок розчиненої речовини. Існують ненасичені розчини – розчини, у яких при даних температурі й тиску можливо подальше розчинення речовини. Такі розчини завжди являють собою однофазну систему.

Основні параметри стану розчину – це температура, тиск та концентрація.

Залежно від концентрації розчиненої речовини розчини поділяють на розведені та концентровані.

Розведений розчин містить зовсім малу масу розчиненої речовини порівняно з масою розчинника. Наприклад, у 100 г води розчинено 5 г хлороводню. Розчин, який містить 36,5 г хлороводню в 100 г води, вважають *концентрованим*. Межі між розведеними та концентрованими розчинами умовні. Наприклад, для сульфатної кислоти концентрованим вважається розчин, який містить 96 г H_2SO_4 , для нітратної – 63 г HNO_3 , для хлоридної – 37 г HCl у 100 г води.

Найважливішою кількісною характеристикою будь-якого розчину є концентрація, яка вказує на масу або кількість розчиненої речовини, що міститься в одиниці маси або об'єму розчину або розчинника. Існують різноманітні способи вираження концентрації розчинів (таблиця).

По точності вираження концентрації розчини розділяють на приблизні та точні. Розчини приблизної концентрації слугують як допоміжні реагенти при виконанні аналітичних та препаративних робіт. Концентрацію таких розчинів розраховують по ступеню розбавлення розчинів або по масі речовини (наважку зважують, як правило, на аналітичних терезах з точністю до другого десяткового знаку і розчиняють у потрібному об'ємі розчинника). Часто приблизну концентрацію розчиненої речовини визначають по величині густини розчину.

Розчини з приблизно приготованими концентраціями

Масова частка – це маса розчиненої речовини в 100 г розчину. Наприклад, розчин з масовою часткою хлориду кальцію 5 % містить 5 г хлориду кальцію в 100 г розчину. Оскільки маса розчину дорівнює сумі мас розчинника та розчиненої речовини, то в наведеному прикладі кожен 100 г розчину містять 5 г хлориду кальцію та 95 г води. Масову частку розчину позначають літерою ω і виражають у частках одиниці або у відсотках. На практиці найчастіше застосовують відсотки.

Розчини кислот і основ приблизної концентрації служать як допоміжні реагенти при виконанні аналітичних, препаративних й інших робіт. Концентрацію подібних розчинів розраховують або по ступеню розведення

вихідних речовин (розчинів), або по масі речовини (зважується на технічних терезах), розчиненої у відомій масі (відомому об'ємі) розчинника. Часто приблизну концентрацію розчинів визначають по величині густини розчину.

Розчини з точно відомою концентрацією називають стандартними розчинами. Їх поділяють а) за способом вираження концентрації, б) за способом приготування розчинів.

А) Розчини з точно приготованими концентраціями виражають через:

Молярну концентрацію розчину (C_M) – визначають кількістю розчиненої речовини, яка міститься в 1 л розчину. Одиниці виміру – моль/л. Молярну концентрацію також позначають:

1 М — одномолярний розчин ($C_M = 1$ моль/л);

0,1 М — децимолярний розчин ($C_M = 0,1$ моль/л);

0,01 М — сантимольярний розчин ($C_M = 0,01$ моль/л);

0,001 М — мілімолярний розчин ($C_M = 0,001$ моль/л).

Моляльну концентрацію (m) показує, яка кількість розчиненої речовини припадає на 1 кг розчинника в даному розчин. Одиниці виміру – моль/кг. Так, 1 m розчину КОН означає, що в 1 кг води даного розчину міститься 1 моль гідроксиду калію, тобто 40 г.

Молярна концентрація еквівалента (еквівалентна або нормальна концентрація) C_N показує кількість моль-еквівалентів розчиненої речовини, яка міститься в 1 л розчину.

Еквівалентом речовини називається така його кількість, яка у даній реакції рівноцінна (еквівалентна) 1 моль атомів водню (1,0079 г). Маса 1 еквівалента називається еквівалентною масою E . Вона пов'язана з молярною масою через фактор еквівалентності (f) – це число, яке вказує на те, яка доля умовної частки речовини еквівалентна 1 іону водню в даній реакції, або 1 електрону в ОВР. Фактор еквівалентності не є постійною величиною й залежить від конкретної реакції цієї речовини. Молярна маса еквівалента речовини E – це маса 1 моля-еквівалентів цієї речовини: $E = f \cdot M$.

Наприклад, 1 н розчин сульфатної кислоти містить 1 моль-еквівалент H_2SO_4 , або 49 г в 1 л розчину; 0,01н. — 0,01 моль-еквівалент, або 0,49 г H_2SO_4 в 1л розчину.

Особливістю розчинів з молярною концентрацією еквівалентів є те, що розчини з однаковою концентрацією реагують між собою в рівних об'ємах, оскільки містять рівні кількості моль-еквівалентів. Якщо розчини мають різні концентрації, то, відповідно до закону еквівалентів, їхні об'єми обчислюють із співвідношення

$$C_{H1} V_1 = C_{H2} V_2, \quad \frac{C_{H1}}{C_{H2}} = \frac{V_2}{V_1}$$

де V_1 і V_2 – об'єми розчинів реагуючих речовин; C_{H1} і C_{H2} – молярні концентрації еквівалентів цих розчинів.

Таким чином, *об'єми розчинів реагуючих речовин обернено пропорційні до їх молярних концентрацій еквівалентів*. Ці властивості розчинів використовують не лише для обчислення об'ємів, а й навпаки – за об'ємами розчинів, які витрачені на реакцію, визначають їхні концентрації.

Титр розчину (Т) показує, скільки грамів або міліграмів розчиненої речовини міститься в 1 мл розчину. Одиниці виміру – г/мл або мг/мл.

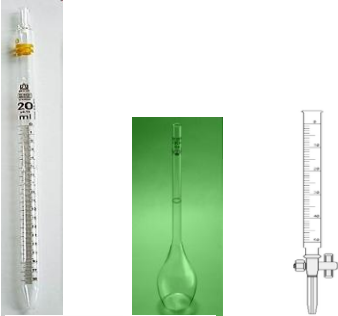

Так, якщо в 1 л розчину міститься 40 г гідроксиду натрію, то титр цього розчину дорівнює:


$$T = \frac{40}{1000} = 0,0400 \text{ г/мл.}$$

Між титром та молярною концентрацією еквівалента існує залежність:

$$T = \frac{C_n \cdot E_m}{1000}$$

Способи вираження вмісту розчиненої речовини в розчині

Тип	Назва концентрації	Формула		Посуда та прилади для приготування
точні	Молярна концентрація (C_m) – число молей речовини в 1 літрі розчину	$C_m = m / (M \cdot V)$	моль/л	Мірна пипетка Мірна колба Бюретка Аналітичні ваги
	Молярна концентрація еквівалентів (нормальна концентрація) (C_n) – число еквівалентів, яке міститься в 1 літрі розчину	$C_n = m / (V \cdot E),$ $E = M \cdot f$ f – фактор еквівалентності:	г · экв/л (моль/л)	
	Титр розчину – маса речовини в 1 мл розчину	$T = m/V,$	г/мл	
	Молярна концентрація – кількість розчиненої речовини, що припадає на 1 кг розчинника	$L = n(X)/m_{роз-ка}$	моль/кг	

приблизні	Масова частка – маса речовини в 100 г розчину	$\omega = \frac{100 \cdot m_{р-ни}}{m_{розчину}}$	%, або частках	Циліндр, хімічний стакан, технічні ваги 
	Співвідношення речовин по масі по об'єму	1: 1 (по масі) 2:3 (по об'єму)		

Б) Розчини з точно відомою концентрацією можна приготувати кількома способами: 1) за точною наважкою вихідної речовини (первинні стандартні розчини); 2) за приблизною наважкою з подальшим визначенням концентрації по первинному стандарту (вторинні стандартні розчини); 3) розведенням заздалегідь приготованого розчину з відомою концентрацією; 4) з фіксаналу.

Первинні стандартні розчини – розчини з приготовленим титром. Їх готують розчиненням точної наважки вихідної речовини і розбавленням одержаного розчину до певного об'єму, тобто одержують розчин з точно відомою концентрацією реагенту. Розчини можна приготувати як первинний стандарт, якщо речовина задовольняє наступним вимогам:

- ✓ Речовина має бути хімічно чистою (домішки становлять не більше 0,05–0,1 %)
- ✓ Склад речовини повинен строго відповідати формулі.
- ✓ Речовина має бути стійкою в твердому вигляді і в розчині.
- ✓ Бажана можливо велика величина еквівалентної маси речовини, що дозволяє збільшити точність зважування наважки.
- ✓ Добре розчиняється у воді.

Первинні стандартні розчини готують з речовин – $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, Na_2CO_3 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, KCl , NaCl , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ тощо.

Вторинні стандартні розчини – це розчини з встановленим титром. Вторинні стандартні розчини готують з речовин HCl , H_2SO_4 , NaOH , KMnO_4 тощо. Процес встановлення точної концентрації вторинних стандартних розчинів називається **стандартизацією**. Концентрацію вторинних стандартних розчинів встановлюють за первинними стандартними розчинами.

Для швидкого приготування розчинів точної концентрації зручно застосовувати заздалегідь приготовлені **фіксанали** (запаяні скляні ампули з точно відміряною кількістю реактиву, необхідного для приготування 1 л 0,1 н або 0,05 н розчину).

Випускають наступні фіксанали: H_2SO_4 ; HCl ; NaOH ; KOH ; Na_2CO_3 ; NaHCO_3 ; NaCl ; KCl ; $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$; $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$; $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$; K_2CrO_4 ; $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; KMnO_4 ; AgNO_3 ; NH_4SCN ; KSCN ; NaSCN ; $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$; $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$; I_2 ; $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$; BaCl_2 . Із фіксаналів можна готувати також розчини солей та лугів. Необхідно пам'ятати, що фіксанали, які містять луки, придатні протягом певного часу.

Правила приготування розчинів

Розчини, як правило, готують з розрахованих кількостей окремих компонентів. При цьому тверді речовини беруться за масою, а рідкі – за об'ємом. Для розчинення наважки використовують, в основному, мірні колби, в які спочатку наливають невелику кількість розчинника, а вже після розчинення речовини додають, необхідну кількість (об'єм) розчинника. **При користуванні піпетками слід враховувати те, що та кількість рідини, яка залишилася у витягнутому кінчику піпетки після виливання, звичайно врахована в її об'ємі.**

При зберіганні робочих (еталонних) розчинів необхідно періодично перевіряти їх концентрацію. Робочі розчини лугів і натрію тіосульфату необхідно захищати від дії CO_2 (використовувати U-подібну трубку для видалення газів і пари з гашеним вапном або аскаритом).

Необхідно мати на увазі, що швидкість розчинення твердої речовини залежить від розміру її частинок (подрібнена розчиняється швидше) та від температури. Деякі речовини не змочуються водою й плавають на її поверхні, утворюючи тонку плівку. Для приготування водних розчинів подібних речовин рекомендують порошок спочатку змочити невеликою кількістю етилового спирту (якщо він інертний відносно компонентів розчину), а вже потім доливати воду. Посудини для розчинення й зберігання розчинів лугів повинні бути обладнані хлоркальцієвими трубками, заповненими натронним вапном (суміш NaOH та $\text{Ca}(\text{OH})_2$), щоб захистити розчин від CO_2 . У деяких випадках розчини необхідно зберігати в атмосфері інертного газу (N_2 , CO_2). Розчини речовин, що розкладаються під дією світла, наприклад AgNO_3 , необхідно зберігати в посудинах з коричневого скла або вкритих чорним лаком (у крайньому випадку – загорнутих у чорний папір).

Розчини заданої концентрації готують із застосуванням мірних колб, у які вводять розраховану кількість речовини, що розчиняють. Для приготування розчину потрібної концентрації розведенням існуючого розчину в мірну колбу спочатку наливають через лійку необхідну кількість вихідного розчину, а потім наповнюють колбу до половини розчинником і обережно струшують круговими рухами, притримуючи рукою колбу за дно. Перемішування продовжують до повного перемішування рідин. Після цього колбу залишають на 5–10 хв для вирівнювання її температури з навколишнім середовищем, потім

доливають розчинник, не доводячи до мітки на 5–10 мм, і висушують горло над міткою згорнутим у трубочку шматком фільтрувального паперу. Нарешті доливають розчинник по краплях до мітки, намагаючись не замочити внутрішню частину горла. Наповнену колбу закривають пробкою і обережно перемішують вміст, перевертаючи колбу; тримати її треба при цьому двома руками: лівою за основу, а правою – за горло із пробкою. Якщо речовина, розчин якої хочуть одержати, у вихідному стані є кристалічною або може утворювати кристалогідрати, то спочатку необхідно провести її розчинення в невеликій кількості розчинника в стакані, а вже потім вводити одержаний концентрований розчин в мірну колбу. Розчинення речовин проводять звичайно в хімічних склянках при перемішуванні суміші твердої і рідкої фаз скляною паличкою з надягнутим на її кінець шматочком гумового або поліетиленового шлангу. Коли розчинення речовини відбувається повільно, суміш нагрівають і застосовують механічне перемішування. Якщо розчинення ведуть при нагріванні, то порошок речовини вводять у рідину порціями. Поява на дні нагрівної посудини шару речовини, яка не розчинилася, може викликати місцевий перегрів посудини і її руйнування.

Одержаний розчин переливають у ємності для зберігання, на які наклеюють етикетки з відомостями про **склад розчину, його концентрацію, дату та прізвища тих, хто готував розчин.**

Хід роботи

Розчини, як правило, готують з розрахованих кількостей окремих компонентів. При цьому тверді речовини беруться за масою, а рідкі – за об'ємом. Для розчинення наважки використовують, в основному, мірні колби, в які спочатку наливають невелику кількість розчинника, а вже після розчинення речовини додають, необхідну кількість (об'єм) розчинника.

При користуванні піпетками слід враховувати те, що та кількість рідини, яка залишилася у витягнутому кінчику піпетки після виливання, звичайно врахована в її об'ємі.

По точності вираження концентрації розчини розділяють на приблизні та точні.

Завдання 1

Приготувати розчини приблизної концентрації

Концентрацію розчинів приблизної концентрації розраховують по ступеню розбавлення розчинів або по масі речовини (наважку зважують, як правило, на технічних або електронних терезах з точністю до другого

десятького знаку і розчиняють у потрібному об'ємі розчинника, який відміряють циліндром або мірним стаканом).

Приготування розчинів із заданою масовою часткою, якщо в лабораторії є суха речовина

- Розрахуйте масу речовини та об'єм розчинника, необхідні для приготування розчину.
- На технічних терезах зважте на годинниковому склі розраховану масу речовини до другого знаку.
- Відміряйте циліндром необхідний об'єм води.
- Перенесіть сіль у склянку, залишки вмісту годинникового скла змийте водою із циліндра і влийте в склянку воду, яка залишилась.
- Розмішайте розчин скляною паличкою.
- Після розчинення перелийте розчин в склянку для зберігання.

А) Приготуйте 50 г розчину КІ з масовою часткою солі 10 %.

Дано:	$\omega = \frac{100 \cdot m_{р-ни}}{m_{розчину}}$
$\omega = 10\%$	$m_{розчину}$
$m_{розчину} = 50 \text{ г}$	
<hr/>	
$m_{р-ни} - ?$	$m_{р-ни} = \frac{\omega \cdot m_{розчину}}{100}$
$V_{H_2O} - ?$	
	$m_{H_2O} = m_{розчину} - m_{р-ни}$
	$V_{H_2O} = m_{H_2O} / \rho_{H_2O}$

Б) Приготуйте розчин, який містить 10 г хлориду натрію та 100 г води. Визначте його масову концентрацію. Обчисліть молярну, моляльну концентрації та титр приготовленого розчину.

Дано:	$\omega = \frac{100 \cdot m_{\text{р-ни}}}{m_{\text{розчину}}}$
$m_{\text{р-ни}} = 10\text{г}$	$m_{\text{розчину}}$
$m_{\text{H}_2\text{O}} = 100\text{ г}$	
$\omega - ?$	$m_{\text{розчину}} = m_{\text{H}_2\text{O}} + m_{\text{р-ни}}$
	$V_{\text{H}_2\text{O}} = m_{\text{H}_2\text{O}} / \rho_{\text{H}_2\text{O}}$

Приготування розчинів із заданою масовою часткою, якщо в лабораторії є більш концентрований розчин

- Розрахуйте об'єми розчинів, що є в лабораторії та необхідні для приготування розчину з заданою концентрацією.
- Відміряйте циліндром необхідний об'єм розчину.
- Перенесіть розчини у склянку та розмішайте суміш скляною паличкою.
- Перелийте одержаний розчин в склянку для зберігання.

При приготуванні розбавлених розчинів з більш концентрованих або при змішуванні розчинів різної концентрації для розрахунку об'ємів зручно користуватися так званим правилом діагональної схеми (хреста) або інша назва – змішування. Необхідну концентрацію розчину записують у місці перетину двох ліній, ліворуч знизу – нуль, зліва вверху – вихідну концентрацію. Для кожної лінії віднімають число, яке стоїть на ній, від іншого (необхідної концентрації) і різницю записують біля вільного кінця тієї ж лінії праворуч. Отримані числа показують, скільки масових частин розчину і розчинника слід взяти.

А) Скільки мілілітрів 96 %-ного розчину спирту ($\rho = 0,8014\text{ г/см}^3$) і води ($\rho = 1,00\text{ г/см}^3$) необхідно для приготування 100 мл 10 %-ного розчину спирту ($\rho = 0,9819\text{г/см}^3$).

Дано:

$$\omega_1 = 96 \%$$

$$\rho_1 = 0,8014 \text{ г/см}^3$$

$$\rho_{\text{H}_2\text{O}} = 1,00 \text{ г/см}^3$$

$$\omega_2 = 10 \%$$

$$\rho_2 = 0,9819 \text{ г/см}^3$$

$$V_2 = 100 \text{ мл}$$

$$V_{\text{H}_2\text{O}} - ?$$

$$V_1 - ?$$

1. Знайти масу 100 мл 10 %-ного розчину етанолу

$$m_2 = V_2 \cdot \rho_2 = 100 \cdot 0,9819 = 98,19 \text{ г}$$

2. Записати формулу правила змішування і знайти масове співвідношення вихідних розчинів:

96%	10 м.ч	}	98,19 г
10 %			
0 %	86 м.ч.		

3. Знайти маси води та 96 % розчинів:

$$10x + 86x = 98,19$$

$$96x = 98,19$$

$$x = 1,0228$$

$$m_{\text{H}_2\text{O}} = 86 \cdot 1,0228 = 87,96 \text{ г}$$

$$m_1 = 10 \cdot 1,0228 = 10,23 \text{ г}$$

4. Знайдемо об'єми води та 96 % розчину етанолу.

$$V_{\text{H}_2\text{O}} = m_{\text{H}_2\text{O}} / \rho_{\text{H}_2\text{O}} = 87,96 \text{ мл}$$

$$V_1 = m_1 / \rho_1 = 10,23 / 0,8014 = 12,76 \text{ мл}$$

Б) Скільки мілілітрів 20 %-ного розчину сахарози ($\rho = 1,0810 \text{ г/см}^3$) і 50 % розчину сахарози ($\rho = 1,2295 \text{ г/см}^3$). необхідно для приготування 200 мл 25 %-ного розчину сахарози?

Завдання 2

Приготувати розчини точної концентрації

Розчини з точною концентрацією готують як первинні або як вторинні стандартні розчини.

Приготування розчинів із заданою точною концентрацією як первинних стандартних розчинів

А) якщо речовина відповідає вимогам до первинних стандартів

Наважку речовини, яку необхідно розчинити, вміщують в бюкс або поміщають на годинникове скло, які попередньо були зважені на аналітичних терезах з точністю до четвертого десяткового знаку і розчиняють у потрібному об'ємі розчинника. В лабораторних умовах для приготування розчину точної концентрації з наважки речовини роблять наступне. Беруть з точністю до 0,0002 г наважку висушеної речовини, яка приблизно відповідає розрахованій для певного об'єму розчину заданої концентрації, акуратно переносять в мірну колбу і розчиняють в невеликому об'ємі розчинника (наприклад, дистильованої води, яка не містить CO₂). Отриманий розчин при періодичному збовтуванні розводять розчинником, при цьому додають об'єм розчинника в мірну колбу дещо нижче відмітки. Потім колбу з розчином витримують 15–20 хв при 20 °С і обережно добавляють розчинник до мітки. Колбу закривають корком і вміст колби збовтують протягом 15–30 хв. За відомою масою наважки і об'ємом розчинника розраховують точну концентрацію речовини, яка розчинена.

Техніка приготування розчинів за точно взятою наважкою

1. Вимийте мірну колбу хромовою сумішшю (див. алгоритм № 3).
2. Сполосніть багаторазово мірну колбу водою з-під крана.
3. Сполосніть мірну колбу 3–4 рази дистильованою водою.
4. Зважте на аналітичних терезах на годинниковому склі або в бюксі розраховану наважку речовини, яку треба розчинити.
5. Акуратно висипте зважену речовину в мірну колбу через суху лійку.
6. Змийте залишки (з годинникового скла чи з бюкса) промивалкою в лійку дистильованою водою.
7. Обмийте внутрішні стінки лійки і зовнішню частину трубки, трохи її піднявши.
8. Стежте за тим, щоб загальна кількість води для змивання з годинникового скла чи бюкса займала не більше половини колби.
9. Закрийте колбу пробкою.
10. Перемішуйте вміст обережними обертальними рухами (*не перевертаючи колбу!*) до повного розчинення наважки.
11. Доведіть вміст колби дистильованою водою до позначки: налийте з промивалки воду приблизно на 1 см нижче від позначки, покладіть колбу

так, щоб позначка була на рівні очей, обережно по краплинах додавайте воду доти, поки нижня частина меніска не торкнеться позначки на шийці колби.

12. Закрийте добре колбу пробкою і перемішайте 12–15 разів.

Завдання: Приготувати стандартний розчин сульфату магнію в мірній колбі місткістю 100 мл молярної концентрації 0,01 моль/л.

1. Розрахунок маси наважки кристалогідрату сульфату магнію

Дано:

$V_{\text{р-ну}} = 100$ мл

$C(\text{MgSO}_4) = 0,01$ моль/л

$$C = \frac{m_{\text{речовини}}}{M(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) \cdot V_{\text{розчину}} (\text{л})}$$

$$m_{\text{речовини}} = C \cdot M(\text{MgSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V_{\text{розчину}} (\text{л})$$

$m(\text{MgSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) - ?$

де $V_{\text{розчину}}$ – місткість мірної колби, л; $C(\text{MgSO}_4)$ – молярна концентрація розчину MgSO_4 , моль/л; $M(\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})$ – молярна маса кристалогідрату сульфату магнію, 246,28 г/ моль.

2. Порядок виконання роботи: На технохімічних терезах зважують (на аркуші паперу) масу паперу та кристалогідрату сульфату магнію, близьку до теоретично розрахованої.

Потім сіль зважують на аналітичних терезах та обережно висипають через суху лійку в мірну колбу місткістю 100 мл. За різницею першого і другого зважування одержують масу наважки кристалогідрату сульфату магнію. Результат зважування записують в журнал:

маса кальки – m_1 г

маса кальки з сіллю – m_2 г

маса солі – $m_{\text{р-ни}} = (m_2 - m_1)$ г

Вміст мірної колби розчиняють у воді, доводять до позначки та ретельно перемішують. Молярну концентрацію приготовленого стандартного розчину сульфату магнію розраховують за формулою:

$$C = \frac{m_{\text{р-ни}}}{M \cdot V_{\text{розчину}} (\text{л})}$$

Б) приготування розчинів точної концентрації з фіксаналів

У випадку, коли необхідно приготувати точний стандартний (робочий, титрований) розчин і при цьому не зважувати речовину, використовують фіксанали, які називаються ще стандарт-титри. Фіксанали – це точно відважена кількість реактиву або його розчину, що запаяна в скляну ампулу. При кількісному перенесенні вмісту подібної ампули в 1 дм³ води (у мірній колбі) при температурі 20 °С отримують точно 0,1 н розчин.

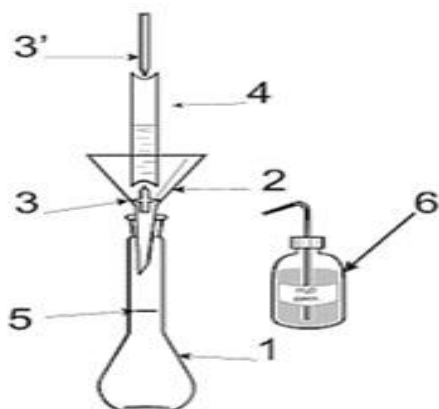


Рис. 20. Приготування розчину з фіксаналу:

- 1 – мірна колба;
- 2 – хімічна лійка;
- 3, 3' – бойки;
- 4 – ампула з фіксаналом;
- 5 – мітка;
- 6 – промивалка з дистильованою водою.

Завдання: Приготувати стандартні розчини $H_2C_2O_4$ з фіксаналу.

В мірну колбу ємкістю 1 дм³ вставляють лійку з вкладеним в нею скляним бойком (додається до упаковки фіксаналів), гострий кінець якого обернений верх. Ампула з фіксаналом вільно впадає у лійку так, щоби дно ампули, розбилося при вдаренні у гострий кінець бойка. При цьому гострий кінець палички для пробивання ампули (другим бойком) пробивають бокове поглиблення ампули і дають вмісту ампули повністю витекти, якщо фіксанал рідина. У верхній отвір ампули, якій утворився, вставляють відтягнутий в капіляр вигнутий вверх кінець трубки промивалки і сильною цівкою промивають ампулу з середини. Після видалення ампули з лійки доводять рівень рідини в колбі до мітки. Колбу закривають корком і ретельно збовтують розчин. Ампули з фіксаналами твердих речовин ($H_2C_2O_4$ та ін.) розкривають так, як описано вище, але коли ампула розбита, вміст її обережним струшуванням висипають через суху лійку в колбу, ампулу і лійку ретельно промивають розчинником. Фіксанал $AgNO_3$ необхідно зберігати в темній посудині, в крайньому випадку посудину обгорнути темним папером. Фіксанали NaOH і КОН придатні не більше 6 місяців після їх випуску. Помутніння лужних розчинів свідчить про їх псування.

Приготування розчинів з фіксаналів

Для розкривання ампули з фіксаналом додаються спеціальні бойки.

Інформацію про обсяг і концентрації розчину, який одержують з однієї ампули фіксаналу наводиться на етикетці.

Для отримання розчину за допомогою фіксаналу вміст ампули необхідно кількісно перенести в мірну колбу.

Для приготування розчинів точної концентрації, за допомогою фіксаналу необхідно:

1. У мірну колбу (1) об'ємом 1 л наливають невелику кількість води.
2. У чисто вимиту мірну колбу вставляють воронку (2), ретельно вимиту і сполоснуту дистильованою водою (якщо в ампулі міститься не розчин, а суха речовина, то воронка повинна бути сухою).
3. У воронку вставляють спеціальний скляний бойок (4) (зазвичай
4. додається до коробки з фіксаналами), сполоснутий дистильованою водою.
5. Ампулу протирають спиртом, щоб видалити напис, і обмивають дистильованою водою. Потім її вставляють у воронку так, щоб вона своїм тонким, втягнутим всередину дном торкалася бойка, підводять її та злегка ударяють об кінець бойка. Вміст ампули потрапляє через воронку в колбу.
6. Збоку в ампулі є поглиблення, в якому пробивають отвір скляною паличкою із загостреним кінцем (верхній бойок). Через цей отвір обмивають дистильованою водою з промивалки стінки ампули. Промивати потрібно багато раз маленькими порціями. Після цього ополіскують стінки ампули ззовні і ампулу викидають.
7. Ополіскують воронку і бойок; потім піднімають воронку і обмивають зовнішню частину трубки воронки.
8. Обмивають верхню частину шийки мірної колби. Проводячи всі ці операції з промивання, стежать, щоб кількість води в мірній колбі до кінця всіх операцій не перевищила $2/3$ об'єму колби.
9. Обережно обертальним рухом перемішують вміст колби.
10. Дистильованою водою, доводять вміст колби до мітки так, як це було описано вище і перемішують вміст колби 12–15 разів.

В) Техніка приготування точного розчину з концентрованого розведенням

Завдання: Приготувати 50 мл розчину з концентрацією 0,001 М, якщо в лабораторії є розчин з концентрацією 0,1 М

Розрахунок об'єму вихідного розчину

Дано:
 $V_2 = 50$ мл
 $C_2 = 0,001$ моль/л
 $C_1 = 0,1$ моль/л

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

$V_1 - ?$

Г) Техніка приготування точного розчину з концентрованого розчину, якщо його концентрація неточна (вторинного стандарту).

Завдання: Приготувати 100 мл розчину NaOH з концентрацією 0,1 н, якщо в лабораторії є розчин з концентрацією 10 % ($\rho = 1,109$ г/см³).

1.1. Приготування стандартизованого розчину гідроксиду натрію. Розчин NaOH не відповідає вимогам до стандартних розчинів, тому його готують способом установленого титру.

Для цього спочатку готують приблизно 0,1 н розчин NaOH об'ємом 100 мл

Дано:
 $V_{\text{розчину}} = 100$ мл
 $C_{\text{NaOH}} = 0,1$ моль/л
 $\omega_1 = 10\% = 0,1$
 $\rho_1 = 1,109$ г/см³

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{m_{\text{речовини}}}{E(\text{NaOH}) \cdot V_{\text{розчину}} (\text{л})}$$

$$m_{\text{речовини}} = C_{\text{NaOH}} \cdot E(\text{NaOH}) \cdot V_{\text{розчину}} (\text{л})$$

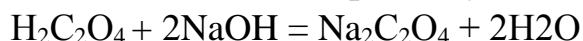
$$m_{\text{розчину}} = \frac{m_{\text{речовини}}}{\omega_1}$$

$$V_{\text{розчину}} = \frac{m_{\text{розчину}}}{\rho_1}$$

$V_1 - ?$

Приготування вторинного стандартного розчину NaOH: Відміряють мірною піпеткою розрахований об'єм 10 % розчину NaOH. Переносять в мірну колбу на 100 мл та доводять об'єм до мітки дистильованою водою. Уточнюють концентрацію приготованого розчину NaOH титриметричним методом.

Визначення еквівалентної молярної концентрації стандартизованого розчину гідроксиду натрію. Здійснюють за стандартним розчином оксалатної кислоти, використовуючи як індикатор фенолфталеїн.



Матеріальне забезпечення

Бюретки, піпетки, конічні колби, розчини NaOH, розчини H₂C₂O₄, фенолфталеїн, метилоранж.

Вихідним розчином (первинним стандартом) є 0,1 н розчин H₂C₂O₄, приготовлений з фіксаналу.

В бюретку заливають розчин гідроксиду натрію. Піпеткою Мора об'ємом 10 мл відбирають стандартний розчин оксалатної кислоти і переносять в колбу для титрування, додають одну краплю розчину фенолфталеїну і титрують розчином гідроксиду натрію до слабо-рожевого забарвлення, не зникаючого протягом 30 секунд. Титрування проводять не менше трьох разів. Отримані результати титрування записують у робочий журнал. Об'єми розчину гідроксиду натрію, який витрачають на титрування, повинні відрізнитися не більше, ніж на 0,1 мл. Розраховують середнє арифметичне значення об'єму (V_{сер}) розчину гідроксиду натрію, що пішов на титрування.

V ₁ (NaOH)	V _{сер}
V ₂ (NaOH)	
V ₃ (NaOH)	

Техніка кислотно-основного титрування

1. Заповніть бюретку розчином лугу (0,1 М NaOH).
2. Доведіть рівень рідини до нульової точки.
3. Помістіть титрований розчин кислоти в конічну колбу (колбу Ерленмейера), додайте 2 краплі розчину індикатору фенолфталеїну.
4. Підставте колбу з титрованим розчином під бюретку так, щоб кінчик бюретки не був надто високо над колбою і не дуже низько.
5. Покладіть під колбу листок білого паперу (щоб краще помітити зміну забарвлення розчину).
6. Тримайте колбу правою рукою, а лівою відкривайте і закривайте кран або затискувач, випускаючи рідину з бюретки. Розчин повинен витікати краплинами, спочатку швидше, а ближче до кінцевої точки – дуже повільно.
7. Перемішуйте обертальними рухами розчин у колбі під час титрування.
8. Припиніть додавати розчин, коли зміна його забарвлення покаже, що процес титрування закінчився.
9. Визначте об'єм робочого розчину, витраченого на титрування.

10. Запишіть результати титрування в робочий журнал.
11. Перевірте правильність результатів титрування (паралельним визначенням для цього в другу конічну колбу помістіть таку саму кількість титрованого розчину, заповніть бюретку робочим розчином і повторіть титрування). Якщо результати двох визначень розходяться не більш ніж на 0,1 мл (для бюретонок місткістю 25 або 50 мл), вважайте їх правильними. У випадку розходження отриманих результатів титрування повторюють.
12. Проведіть 3 паралельні аналізи, якщо потрібне дуже точне визначення.
13. Обчисліть середнє арифметичне результатів аналізу і запишіть у робочий журнал.

$$C_{\text{H}}(\text{NaOH}) = \frac{C_{\text{H}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{V(\text{NaOH})}$$



Питання для самоконтролю

1. Що таке розчин?
2. Як поділяють розчини за агрегатним станом?
3. Що таке розчинник, розчинена речовина?
4. Який процес називається розчиненням? Поясніть суть процесу розчинення.
5. Який розчин називається насиченим? Ненасиченим? Назвіть головну ознаку насиченого розчину.
6. Які речовини вважають добре розчинними, малорозчинними, практично нерозчинними?
7. Як впливають температура і тиск на розчинність твердих, рідких та газоподібних речовин?
8. Яке значення мають розчини в житті людей?
9. Які ви знаєте способи вираження складу розчинів?
10. Дайте визначення еквівалента та еквівалентної маси речовини.
11. Що таке титр?
12. На прикладі молярності та нормальності покажіть можливість взаємного перерахунку різних способів вираження концентрації розчину.

13. Обчисліть еквівалентні маси речовин, формули яких такі: H_3PO_4 , $\text{Ba}(\text{OH})_2$, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, KNO_3 , NaCl , $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_7$
14. Яку кількість концентрованої сульфатної кислоти ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$; 96 %) необхідно взяти для виготовлення 2 л 0,5 н розчину?
15. Визначити масу солі $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, необхідну для приготування 100 см^3 з концентрацією $0,3 \text{ моль/дм}^3$, та розрахувати концентрацію розчину в одиницях молярності, нормальності та вагового відсотка.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 8

Визначення густини та концентрації розчинів

Мета роботи

оволодіти навичками виконання операцій визначення густини рідин ареометричним та пікнометричним методами; навчитись уточнювати концентрацію розчину фізичним методом.

Матеріальне забезпечення

дистильована вода; бюкси скляні; терези електронні; неградуйовані циліндри 250 см³; піпетки Мора та градуйовані; набір ареометрів; бюретки; конічні колби 250 см³; пікнометри 10, 15, 25, 50 см³; розчини речовин, приготовлених у лабораторній роботі № 6: KI (10 % розчин), NaCl (приготований розчин), етанол (приготований розчин)

Навчальна мета

Знати:

1. Прилади для визначення густини різних розчинів.
2. Залежність густини розчину від температури і концентрації.

Уміти:

1. Користуватися ареометром, пікнометром.
2. Визначати густину різних розчинів.
3. Знаходити концентрацію розчинів.

План проведення заняття

1. Визначення густини рідин ареометричним та пікнометричним методами
2. Уточнення концентрації розчину за густиною розчину.

Теоретичні відомості

Густина речовини є однією з основних фізичних величин, яка характеризує її властивості. *Густина речовини* (символ ρ , одиниця кг/м³, г/мл, г/см³) – величина, рівна відношенню маси речовини m до її об'єму V :

$$\rho = m/V.$$

У повсякденній практиці звичайно користуються відносною густиною, тобто відношенням густини даної речовини до густини дистильованої води за температури 4 °С. Густина розчину збільшується із збільшенням концентрації розчиненої речовини.

Густина залежить від температури: при зниженні температури відносна густина збільшується, а при підвищенні зменшується, тому необхідно завжди відзначати і записувати температуру, за якої проводилось вимірювання. Стандартною температурою, за якої рекомендують визначати відносну густина, є 20 °С.

Визначення густини розчинів

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

Визначати відносну густина рідин можна за допомогою різних приладів: ареометрів, спиртометрів, цукрометрів, лактометрів, урометрів, пікнометрів.

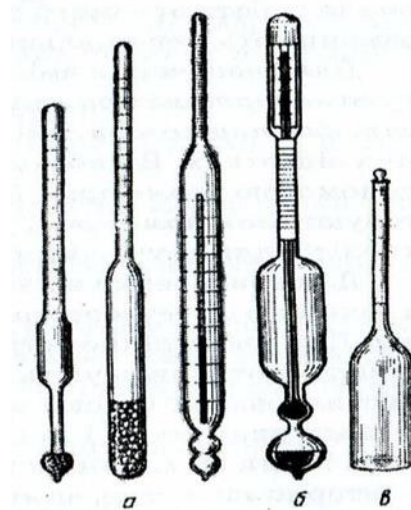


Рис. 21. Прилади для визначення густин різних рідин:
а – ареометри, б – лактометр, в – пікнометр

Визначення густини за допомогою ареометрів

Ареометри сталої маси (інша назва – *денсиметри*) зазвичай є скляними. Вони мають у верхній частині паперову шкалу із зазначенням густини в розмірності г/см^3 . Нижня частина ареометра заповнена баластом (свинцеві дробинки), нерухомо закріпленим зв'язувальною речовиною. Баласт потрібний для зниження центра ваги ареометра, щоб останній при зануренні в рідину плавав у строго вертикальному положенні й перебував при цьому в стійкій рівновазі. На паперовій смужці у верхній трубці ареометра зазначена температура, при якій він відкалібрований, – звичайно це 20 °С. Найменше значення густини нанесене на шкалі вгорі, а найбільше – внизу, оскільки глибина занурення ареометра залежить від густини рідини.

Існують спеціальні набори ареометрів, які призначені для рідин з відносною густиною, меншою від одиниці і більшою за одиницю. У проміжках між цифрами є дрібніші поділки, які дають змогу обчислити відносну густина з

точністю до третього десяткового значення. Такі набори ареометрів дуже зручні, тому що є можливість визначати відносну густину в широких інтервалах. Зручні для роботи ареометри з вмонтованими в них термометрами, оскільки одночасно з визначенням густини можна вимірювати і її температуру.

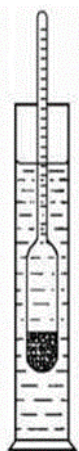


Рис. 22. Вимірювання густини розчину за допомогою ареометра

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

Рідину для вимірювання густини наливають у скляний циліндр із діаметром, що вдвічі перевищує діаметр корпусу ареометра, і висотою більшою, ніж довжина ареометра. Циліндр перед заповненням рідиною необхідно вимити й висушити. Заповнений рідиною циліндр витримують у кімнаті доти, поки температура його вмісту не буде відрізнитися від температури навколишнього повітря на ± 2 °С. Після вирівнювання температур рідини й повітря в циліндр обережно опускають ареометр, взявши його двома пальцями за верхній кінець трубки.

Ареометр при опусканні не повинен зачіпати стінки циліндра, його не випускають із пальців доти, поки відмітка шкали очікуваної густини не виявиться на 3...5 мм вище рівня рідини й не з'явиться впевненість у тому, що ареометр плаває.

Якщо його відпустити передчасно, то при швидкому зануренні в рідину він вдариться об дно циліндра й може розбитися. При зануренні ареометра рідина не повинна змочувати верхню трубку набагато вище відмітки вимірюваної густини. В іншому випадку показання ареометра будуть

неточними. Занурений ареометр витримують у рідині 3–4 хв для вирівнювання температур і визначають показання по нижньому краю меніска.

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

Для визначення вмісту етилового спирту в розчині використовують *спиртометри*, які показують вміст етилового спирту в градусах, та *спиртоміри*, які показують вміст етилового спирту в об'ємних відсотках. Відносну густину біологічних рідин визначають за допомогою *урометрів*. Для визначення густини молока використовують *лактометри*. Густину розчинів кислотних і лужних електролітів для акумуляторів вимірюють *денсиметрами*.

Визначення густини за допомогою пікнометрів

Пікнометрами можна визначити густину газів, рідин та твердих тіл. Це скляні тонкостінні посудини з міткою на горловині або з капілярним отвором в пробці, що закривають горловину пікнометра.

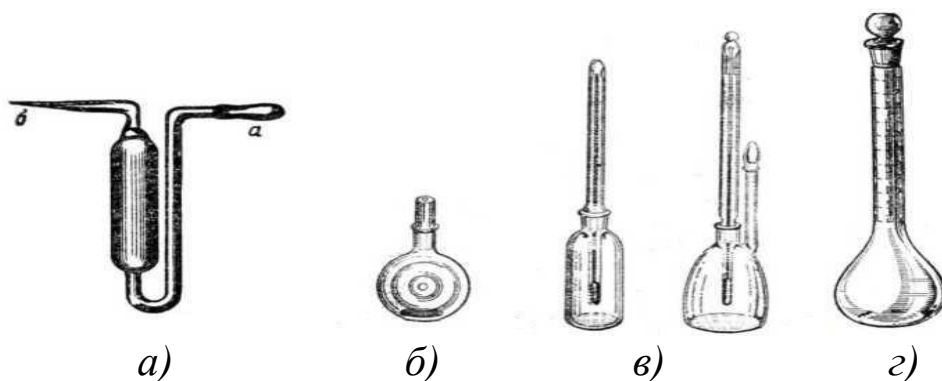


Рис. 23. Пікнометри:

а) Оствальда; б) Гей-Люссака; в) Менделєєва; г) волюмометр

При дослідних роботах часто користуються пікнометром Оствальда (рис. 23а). Заповнюють такий пікнометр затягуванням рідини. Для цього на кінець коліна а) надівають гумову трубочку, вільний кінець якої беруть в рот, а кінець коліна б) занурюють в рідину. Затягують рідину як в звичайну піпетку. Потім проводять термостатування та зважування. Пікнометр дає можливість працювати з невеликими кількостями рідини і одержані результати досить точні. В лабораторній практиці також користуються пікнометрами Гей-Люссака (рис.23б), обережного поводження вимагають пікнометри з термометрами (рис.23в).

Для визначення густини твердої речовини і якщо не потрібна висока точність, то використовують волюмометр (г). Волюмометр – це колба типу

мірної з довгим горлом, на якому нанесені поділки з точністю до 0,1 мл. У волюмометр наливають рідину, яка змочуватиме тверду речовину, густину якої визначають. Рівень рідини, після доведення її до 20 °С, повинен знаходитися на рівні нижньої нульової відмітки. Потім у волюмометр насипають точну наважку подрібненої речовини, колбу злегка струшують для того, щоб рідина змила з внутрішньої поверхні горла всі частинки твердої речовини.

Після цього волюмометр знов поміщають в термостат на 20 хвилин і знов відмічають рівень рідини в шийці волюмометра. За різницею рівнів рідини до і після насипання досліджуваної речовини визначають об'єм взятої наважки. Густина визначають діленням маси взятої наважки на знайдений об'єм.

Визначення густини за допомогою пікнометрів використовують, коли необхідні точні вимірювання (з точністю до четвертого знака).

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

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

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

де ρ_B – густина дистильованої води при температурі t .

Густину рідини визначають у такий спосіб

Вимитий і просушений пікнометр зважують на аналітичних терезах, потім заповнюють його свіжою дистильованою водою до рівня трохи вище мітки й витримують у термостаті при 20 °С. Коли температура води в пікнометрі, а отже, і її рівень перестануть змінюватися, надлишок води над міткою видаляють або за допомогою піпетки з капілярним кінцем, або смужкою фільтрувального паперу. Після цього пікнометр закривають корком й ретельно обтирають ззовні шматком лляної або батистової тканини, яка не залишає на поверхні пікнометра волокон, дають йому можливість прийняти температуру навколишнього повітря й зважують. Цю операцію повторюють 2–3 рази й знаходять середнє значення маси.

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

Щоб визначити за допомогою пікнометра густину твердої речовини,

проводять три зважування: досліджуваної речовини на повітрі (m), пікнометра, наповненого чистою водою або іншою рідиною з відомою густиною, з якою тверда речовина не взаємодіє (m_1), і пікнометра, наповненого тією же рідиною із зануреною у неї досліджуваною речовиною (m_2).

Густину твердої речовини ρ знаходять зі співвідношення:

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

де ρ_p – густина допоміжної рідини при температурі t .

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

Відносну густину порошкоподібних твердих тіл також визначають спеціальними пікнометрами-волюмометрами. Для цього досліджуваний матеріал подрібнюють до порошку, беруть точну його наважку на аналітичних терезах і переносять її у волюмометр, у який попередньо наливають рідину до нижньої нульової поділки. У волюмометр наливають солярку, бензин або іншу органічну рідину, яка змочує досліджувану речовину, але не розчиняє її. Після 20-хвилинного відстоювання приладу в термостаті відмічають рівень рідини у волюмометрі. За різницею рівнів рідини до і після добавляння речовини визначають об'єм взятої наважки. Густина твердої речовини дорівнює відношенню маси взятої наважки до знайденого об'єму.

МЕТОДИКА ВИКОНАННЯ РОБОТИ

Визначення густини за допомогою ареометра

1. Налийте досліджувану рідину в скляний циліндр без носика місткістю 250–500 мл (розмір циліндра повинен відповідати розміру ареометра).
2. Не наливайте рідину в циліндр до країв.
3. Помістіть ареометр обережно в досліджувану рідину, не торкаючись стінок циліндра.
4. Не випускайте з рук ареометра доти, поки він не почне плавати.
5. При визначенні густини ареометр має бути в центрі циліндра і не торкатися дна.
6. Беріть відлік на шкалі поділок по верхньому меніску рідини.

7. Запишіть показання ареометра в лабораторний журнал.
8. Вийміть ареометр з досліджуваного розчину, промийте його і витріть насухо.
9. Покладіть ареометр у спеціальний ящик чи футляр.

Визначення густини рідини за допомогою пікнометра

1. Вимитий і просушений пікнометр зважують на аналітичних терезах. (m_1).
2. Заповнюють пікнометр свіжою дистильованою водою до рівня трохи вище мітки й витримують у термостаті при 20 °С.
3. Коли температура води в пікнометрі, а отже, і її рівень перестануть змінюватися, надлишок води над міткою видаляють або за допомогою піпетки з капілярним кінцем, або смужкою фільтрувального паперу.
4. Пікнометр закривають корком й ретельно обтирають ззовні шматком лляної або батистової тканини, яка не залишає на поверхні пікнометра волокон, дають йому можливість прийняти температуру навколишнього повітря й зважують (m_2). Цю операцію повторюють 2–3 рази й знаходять середнє значення маси.
5. Аналогічно зважують пікнометр із досліджуваною рідиною, попередньо висушивши його (m_3). При точних вимірюваннях досліджувану рідину до термостатування нагрівають до кипіння, щоб видалити розчинене у ній повітря, охолоджують до кімнатної температури й тільки після цього заливають у пікнометр.
6. Густина рідини ρ при температурі t дорівнює (при рівності температур води й рідини)

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

де ρ_B – густина дистильованої води при температурі t .

В роботі для аналізу використовують розчини, приготовлені на попередньому лабораторному занятті: 10 % розчин KI, 9,1 % розчин NaCl, 10 % розчин етанолу, та 0,1 н розчин NaOH.

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

Результати визначення густини розчину

Розчин	Значення ρ , г/см ³		
	Табличне	Ареометричний метод, $\rho_{\text{ареом.}}$	Пікнометричний метод, $\rho_{\text{пiкн.}}$
10 % розчин KI			
9,1 % розчин NaCl			
10 % розчин етанолу			
0,1 н розчин NaOH			

Використовуючи значення густини розчину з довідкової літератури, визначають точну концентрацію отриманого розчину.

Розраховують відносну похибку значення приготовленої концентрації:

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

де $C_{\text{експ.}}$ і C_m – отримана та теоретично очікувана величина концентрації для аналізованого розчину.

Знайдені концентрації розчинів записують в таблицю

Речовина	Очікувана концентрація, C_m	З величини $\rho_{\text{ареом.}}$		З величини $\rho_{\text{пiкн.}}$	
		$C_{\text{експ.}}$	похибка	$C_{\text{експ.}}$	похибка
Розчин KI					
Розчин NaCl					
Розчин етанолу					
Розчин NaOH					

**Густини розчинів деяких речовин в залежності від масової концентрації, %
(при 20°С)**

Концентрація, %	Густини розчинів г/мл					
	NaOH	NaCl	MgSO ₄	KI	NaNO ₃	C ₂ H ₅ OH
1,0		1,005				
2,0		1,012				
4,0		1,027				
5	1,057	1,034	1,048	1,036	1,033	
6		1,041				
8,0		1,056				
10	1,113	1,071	1,103	1,076	1,069	
12		1,086				
14		1,101				
15	1,168	1,109	1,160	1,118	1,106	
16		1,116				
20	1,224	1,148	1,220	1,166	1,146	
25	1,279	1,189	1,283	1,216	1,187	
30	1,332			1,271	1,229	
35	1,383			1,331	1,273	
40	1, 433			1,396	1,322	0,947–0,949
45	1,481			1,467	1,370	
50	1,530			1,546		
60	1,580					
70	1,684					0,883–0,886

Зв'язок густини та концентрації розчинів натрію хлориду NaCl за 20 °С

Густина, г/мл	%	г/л	моль/л	Густина, г/мл	%	г/л	моль/л
1,005	1	10,05	0,1720	1,101	14	154,1	2,636
1,012	2	20,25	0,3464	1,116	16	178,5	3,055
1,027	4	41,07	0,7026	1,132	18	203,7	3,485
1,041	6	62,47	1,069	1,148	20	229,5	3,927
1,056	8	84,47	1,445	1,164	22	256,0	4,380
1,071	10	107,1	1,831	1,180	24	283,2	4,846
1,086	12	130,2	2,228	1,197	26	311,2	5,325

Питання для самоконтролю

1. Що таке густина розчину? Назвіть одиниці вимірювання густини та їх взаємний перерахунок.
2. Опишіть основні методи визначення густини рідких та твердих речовин.
3. Що таке ареометр (денсиметр)? Опишіть його конструкцію.
4. Опишіть порядок роботи з ареометром.
5. Опишіть методику визначення густини рідин ареометричним методом.
6. Що таке пікнометр? Опишіть методику визначення густини пікнометричним методом.
7. Від чого залежить густина розчину?
8. Як визначити густина розчину?
9. Які прилади застосовують для визначення густини речовин?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 9

Рефрактометричне визначення концентрації розчинів

Матеріальне забезпечення

Рефрактометр

Навчальна мета

Знати:

1. Рефрактометричний метод аналізу.
2. Будову рефрактометра.
3. Техніку роботи з рефрактометром.

Уміти:

1. Рефрактометрично визначати показник заломлення розчину.
2. Рефрактометрично визначати концентрацію розчину.

План проведення заняття

1. Рефрактометр, його будова.
2. Рефрактометричне визначення показника заломлення розчинів.

Теоретичні відомості

Рефрактометрія – визначення концентрації речовини способом вимірювання кута заломлення в ньому світлового променя. Величина кута заломлення перебуває в прямо пропорційній залежності від оптичної густини середовища.

На межі розділу двох однорідних середовищ промені відбиваються і заломлюються. Відбитий і заломлений промені знаходяться в одній площині з променем, що падає, і перпендикуляром до межі розділу двох середовищ (N). Кут падіння (α) дорівнює куту відбиття (рис.24).

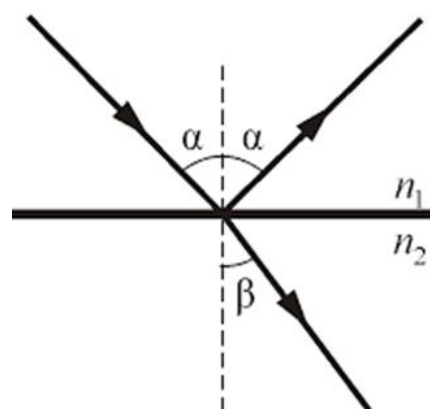


Рис. 24. Заломлення світла

Абсолютним показником заломлення називають відношення швидкості проходження світла у вакуумі до швидкості проходження світла в речовині, що досліджується. На практиці визначають відносний показник заломлення – відношення швидкості проходження світла в повітрі до швидкості проходження світла в речовині або відношення синуса кута падіння до синуса кута заломлення $n = v_1/v_2 = \sin \alpha/\sin \beta$, де v_1 – швидкість проходження світла в повітрі; v_2 – швидкість проходження світла в речовині; α – кут падіння; β – кут заломлення.

Показник заломлення залежить від довжини хвилі світла, температури, агрегатного стану, а також від концентрації речовини і природи розчинника, якщо визначають розчини.

Показник заломлення – це важлива характеристика речовини. Його використовують для ідентифікації та перевірки чистоти речовини. Показник заломлення залежить від температури, причому з її підвищенням, він зменшується. При підвищенні температури на 1°C показник заломлення зменшується на 3–4 одиниці в четвертому знаку. **Найчастіше показник заломлення визначають при температурі 20°C .** Для цього головку приладу термостатують водою з температурою 20°C . Показник заломлення визначається з точністю до четвертого знаку після коми. В технічній літературі в більшості випадків показник заломлення подається для спектральної лінії жовтого натрієвого полум'я D. При написанні показника заломлення індексами позначають температуру (зверху) і довжину хвилі (знизу), наприклад n_D^{20} .

Прилади, що використовують для визначення показника заломлення, називають рефрактометрами. Визначення найчастіше проводять при температурі 20°C і довжині хвилі D лінії спектра атома натрію ($\lambda = 589,3$ нм). Показник заломлення, визначений у таких умовах, позначають n_D^{20} . Зазвичай вимірювання показника заломлення виконують на рефрактометрах типу Аббе, дія яких ґрунтується на визначенні кута повного внутрішнього відбиття при проходженні світлом межі між двома середовищами з різними показниками заломлення. Діапазон вимірювання показника заломлення від 1,3 до 1,7, а точність визначення $\pm 2 \cdot 10^{-4}$. Менш поширені на практиці рефрактометри типу Пульфриха, дія яких побудована на вимірюванні кута заломлення монохроматичного світла, що забезпечує високу точність визначення показника заломлення $\pm 2 \cdot 10^{-5}$, але потребує значної кількості досліджуваного розчину і монохроматора світла.

Визначити концентрацію розчинів речовин рефрактометричним методом можна двома способами: розрахунковим та графічним. При розрахунковому способі використовують формулу, що відображає залежність між концентрацією розчину та його показником заломлення:

$$n = n_0 + F \cdot C$$

$$C = (n - n_0) / F,$$

де n – показник заломлення розчину; n_0 – показник заломлення розчинника; F – рефрактометричний фактор; C – концентрація розчину (%). Рефрактометричний фактор (F) демонструє зміну показника заломлення при зміні концентрації розчину на 1 %. Його встановлюють експериментально або розраховують за таблицями показників заломлення.

Вплив температури в рефрактометрії зводять до мінімуму шляхом вимірювання показника заломлення розчинника і розчину в однакових умовах або термостатуванням. Також поправку на температуру можна розрахувати за формулою:

$$n_D^t = n_D^{20} + (20 - t) \cdot 0,0002$$

При використанні графічного способу визначення концентрації розчину речовини будують калібрувальний графік у координатах n - C , вимірюють показник заломлення розчину і за графіком знаходять відповідну концентрацію.

Рефрактометричний метод використовують на практиці для кількісного визначення концентрації речовин водних та неводних розчинів, органічних та мінеральних кислот, солей, концентрації етилового спирту, гліцеролу, для визначення вмісту білка в крові та ін.

Рефрактометр

Вимірювання проводять рефрактометром. Прилад РДУ (рефрактометр димерсійний універсальний) складається з оптичної і механічної частин (рис.25).

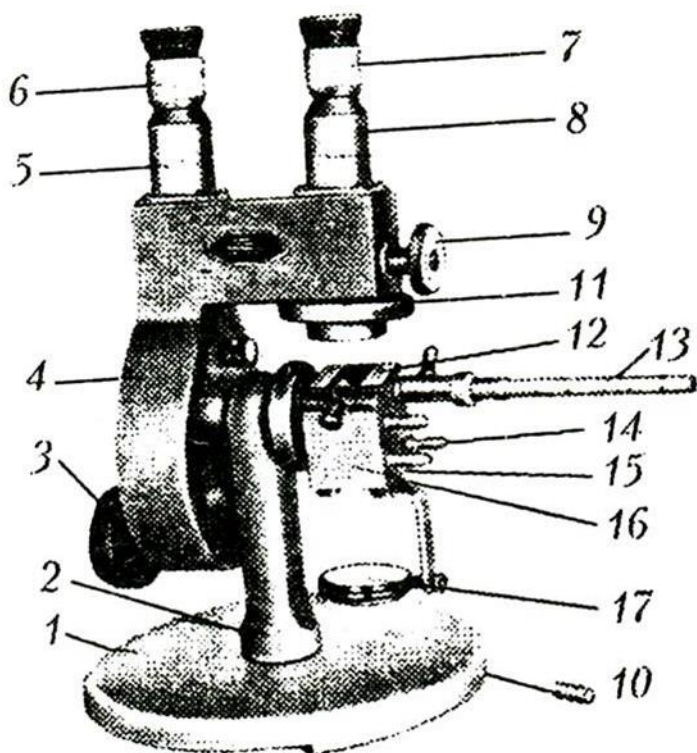


Рис. 25. Будова рефрактометра:

- 1 – основа приладу;
- 2 – закріплений стояк;
- 3 – гвинт;
- 4 – відліковий барабан;
- 5 – лупа;
- 6, 7 – окуляри;
- 8 – тубус;
- 9 – гвинт для усунення хроматичної аберації;
- 10 – гвинт;
- 11 – оптична головка приладу;
- 12 – столик;
- 13 – термометр;
- 14, 15 – відводи;
- 16 – камера;
- 17 – дзеркало

Механічна частина

На основі приладу (1) закріплений стояк (2), через який проходить вісь. На осі кріпиться камера (16) із заломлюючими призмами і відліковим барабаном з гвинтом (3), при повертанні якого одночасно повертаються камера і відліковий барабан. Відліковий барабан має дві шкали: ліва показує коефіцієнт заломлення розчину, права – відсотковий вміст цукрози. Нуль за шкалою цукрози відповідає коефіцієнту заломлення дистильованої води – 1,333. На бічній поверхні камери є чотири відводи (14, 15). Один з них призначений для термометра (13), інші – для гумових трубок, які з'єднують внутрішні канали камери з приладом, що пропускає через них воду певної температури для підтримання в камері постійної температури (20 °C). Над відліковим барабаном і камерою розташована оптична головка приладу (11).

Оптична частина

У нижній частині приладу є дзеркало (17), над ним – освітлювальна і вимірювальна призми, закріплені в камері (16). Освітлювальна призма має матову поверхню. Вище, в оптичній головці приладу, розташований об'єктив, над яким піднімається тубус (8) з окуляром (7). Другий окуляр – лупа (5) – розміщений над шкалою відлікового барабана і призначений для її збільшення. Праворуч на оптичній головці знаходиться гвинт для усунення хроматичної аберації (9) (розклад білого променя світла на кольорові промені спектра).

Техніка роботи з рефрактометром

Підготовка до роботи. Прилад нахиляють вперед від себе до кінця. Відкривають камеру. Гвинтом відлікового барабана вимірювальну призму встановлюють у горизонтальне положення. На її поверхню наносять 2–3 краплі дистильованої води (***не доторкатись піпеткою до поверхні призми, щоб не пошкодити її***). Камеру зачиняють.

Переводять прилад у початкове положення. Ставлять шкалу відлікового барабана на нуль за цукрозою, що відповідає коефіцієнту заломлення дистильованої води. Дзеркалом направляють світло на освітлювальну призму. У полі зору окуляра (праворуч) видно лінію світлотіні. За наявності хроматичної аберації її усувають гвинтом, який розташований праворуч на оптичній головці. Якщо прилад справний, то лінія світлотіні проходить через центр поля зору.

Визначення оптичної густини. М'якою тканиною, яка не залишає ворсинок, з вимірювальної призми витирають дистильовану воду і наносять на призму 2–3 краплі досліджуваної речовини.

Установлюють шкалу відлікового барабана знову на нуль за цукрозою. Лінія світлотіні в полі зору окуляра розміщується нижче від його центру.

Контролюючи оком, повертають гвинт відлікового барабана до тих пір, поки лінія світлотіні не пройде через центр. Показання приладу знімають за будь-якою шкалою і за таблицею переводять на кількість досліджуваної речовини.

Догляд за приладом. Протерти призми м'якою вологою тканиною, яка не залишає ворсинок. Висушити їх на повітрі. Вкласти між призмами смужку фільтрувального паперу. Камеру закрити.

Хід роботи

I. Техніка визначення оптичної густини розчинів рефрактометрично

1. Нахиліть рефрактометр уперед від себе до відказу. Відчиніть камеру.
2. Установіть в горизонтальному положенні вимірювальну призму гвинтом відлікового барабана.
3. Нанесіть на поверхню призми 2–3 краплі дистильованої води, не торкаючись піпеткою поверхні призми.
4. Закрийте камеру.
5. Переведіть прилад у початкове положення.
6. Наведіть шкалу відлікового барабана на нуль по цукрозі, що відповідає коефіцієнту заломлення дистильованої води.
7. Спрямуйте дзеркалом світло на освітлювальну призму. В полі зору окуляра видно лінії світлотіні.
8. Ліквідуйте гвинтом, розміщеним праворуч на оптичній головці, хроматичну аберацию. Якщо прилад справний, лінія світлотіні проходить через центр поля зору.
9. Витріть дистильовану воду з вимірювальної призми тканиною, яка не залишає ворсинок.
10. Нанесіть на призму 2–3 краплі досліджуваного розчину.
11. Установіть шкалу відлікового барабана на нуль за цукрозою так, щоб лінія світлотіні в полі зору окуляра була нижче від центра.
12. Повертайте гвинт відлікового барабана (контролюючи оком) доти, поки лінія світлотіні не пройде через центр.
13. Зніміть показання приладу за шкалою.
14. Обчисліть кількість речовини, користуючись таблицею.
15. Протріть призми спочатку м'якою вологою тканиною, потім сухою тканиною, яка не залишає ворсинок.
16. Висушіть призми на повітрі.
17. Вкладіть між призмами смужку фільтрувального паперу.
18. Закрийте камеру.

II. Рефрактометричне визначення концентрації KI в водних розчинах розрахунковим способом.

1. Виміряють показник заломлення води n_0 .
2. Виміряють показник заломлення досліджуваного розчину KI - n
3. Розраховують його концентрацію за формулою:

$$C = (n - n_0)/F,$$

Для розчину KI не залежно від його концентрації $F = 0,00130$.

Якщо приблизна концентрація досліджуваного розчину невідома і F залежить від концентрації, то використовують величину $F - 1\%$ розчину, а потім повторюють розрахунок, підставляючи в рівняння значення фактора для знайденої концентрації і розраховують її точне значення.

III. Рефрактометричне визначення концентрації розчину хлориду натрію методом градуювального графіку

Мета роботи: визначення концентрації приготованого розчину натрій хлориду за рефракцією розчина і розчинника методом градуювального графіку.

Графічно залежність показника заломлення від концентрації речовини виражається прямою, яка проходить через початок координат. Тому для визначення концентрації розчину застосовується метод калібрувального графіку, який будують для серії стандартних розчинів.

1. Приготуємо серію стандартних розчинів натрій хлориду з концентраціями 1 %, 5 %, 7 %, 10 %, 20 % об'ємом 25 мл. Для цього приготуємо концентрований розчин ($C_{ст.} = 50\%$) натрій хлориду і розведенням приготуємо стандартні розчини:

$$V_i = \frac{C_i \cdot V_i}{C_{ст.}}$$

2. Для розчинів натрій хлориду різної концентрації C_i , визначте показники заломлення n_i .

C, %	1	5	7	10	20
V, мл					
N					

3. Побудуйте графік залежності (калібрувальний графік) показник заломлення – концентрація.
4. Визначте показник заломлення для розчину цієї ж речовини невідомої концентрації n_x . За калібрувальним графіком знайдіть його концентрацію C_x .

Обчисліть похибку приготування розчину натрій хлориду за рівнянням:

$$d = \frac{C_{\text{приготованого розчину}} - C_x}{C_{\text{приготованого розчину}}} \cdot 100\%$$

5. Після закінчення роботи промийте призми дистильованою водою та просушіть фільтрувальним папером.

IV. Визначення концентрації водно-спиртових розчинів за довідниковими даними

Рефрактометричним методом можна визначити концентрацію спирту від 1 % до 70 %, тому що саме в межах цих концентрацій прямопропорційно змінюється показник заломлення в залежності від концентрації розчину етанолу.

На призму рефрактометра наносять 4–5 крапель розчину спирту і вимірюють показник заломлення досліджуваного розчину.

За таблицею знаходять концентрацію розчину, яка відповідає показнику заломлення спиртового розчину. Якщо в таблиці немає такого значення, то його знаходять методом інтерполяції.

Наприклад, якщо $n = 1,3562$, то беруть найближчі значення показника заломлення $n = 1,3550$, що відповідає 40 % спирту і $n = 1,3570$ – 45 %. Розраховують приріст змін показника заломлення при зміні концентрації на 1 %:

$$\frac{\Delta n}{\Delta C} = \frac{n_2 - n_1}{C_2 - C_1} = \frac{1,3570 - 1,3550}{45 - 40} = 0,0004$$

Визначають зміну показника заломлення з одним з розчинів, наприклад з 40 % розчином: $n = 1,3562 - 1,3550 = 0,0012$.

Знаходять, якій концентрації відповідає зміна

$$C_x = \frac{0,0012 \cdot 1}{0,0004} = 3 \%$$

Розраховують концентрацію досліджуваного розчину

$$C = C_1 + C_x = 40 + 3 = 43 \%$$

Показники заломлення водно-спиртових розчинів при температурі 20 °С.

Концентрація спирту, %	Показник заломлення	Концентрація спирту, %	Показник заломлення
1	1,33345	17	1,34209
2	1,33400	18	1,34270
3	1,33440	19	1,34330
4	1,33493	20	1,34390

5	1,33535	21	1,34452
6	1,33587	22	1,34512
7	1,33641	23	1,34573
8	1,33700	24	1,34634
9	1,33760	25	1,34697
10	1,33808	40	1,35500
11	1,33870	45	1,35700
12	1,33924	50	1,35900
13	1,33977	55	1,36060
14	1,34043	60	1,36180
15	1,34096	65	1,36300
16	1,34158	70	1,36380

Питання для самоконтролю

1. Що таке рефрактометрія?
2. Чому освітлювальна призма має матову поверхню?
3. Де кладуть досліджувану речовину?
4. Який коефіцієнт заломлення дистильованої води?
5. Який вид поля зору приладу при заломленні світла в дистильованій воді?
6. Як перевіряють правильність роботи приладу?
7. Яка залежність між коефіцієнтом заломлення та концентрацією досліджуваної речовини?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 10

Способи визначення рН розчинів. індикатори

Матеріальне забезпечення

Індикатори: метилоранж, метиловий червоний, лакмус, фенолфталеїн, універсальний індикаторний папір, рН-метр, розчини сильних та слабких кислот та основ: HCl , CH_3COOH , NaOH , NH_4OH

Навчальна мета

Знати:

1. Види індикаторів.
2. Що таке рН розчину?
3. Характеристику індикаторів.
4. Будову рН-метра.
5. Принцип роботи рН-метра.

Уміти:

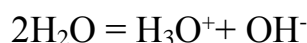
1. Приготувати розчини індикаторів (метилового оранжевого, метилового червоного, фенолфталеїну).
2. Визначати рН середовища за допомогою індикаторів, універсального індикаторного паперу та іономіра (рН-метра).

План проведення заняття

1. рН розчинів кислот та лугів.
2. Індикатори, їх характеристика.
3. Приготування розчинів індикаторів: а) метилового оранжевого; б) метилового червоного; в) фенолфталеїну.
4. Будова рН-метра.
5. Техніка роботи з рН метром.
6. Визначення рН розчинів слабких та сильних кислот та основ за допомогою індикаторів, тест-шкал та рН-метра.

Теоретичні відомості

рН, водневий показник – величина, що показує міру активності іонів водню (H^+) в розчині, тобто ступінь кислотності або лужності цього розчину. Для розведених розчинів можна користуватись терміном «концентрація» замість «активність» у цьому визначенні.



$$K_w = a_{\text{OH}^-} \cdot a_{\text{H}_3\text{O}^+} = 10^{-14} \text{ іонний добуток води}$$

$$[\text{H}^+] \cdot [\text{OH}^-] = 10^{-14}$$

$[\text{H}^+] = [\text{OH}^-]$ – умова нейтральності

$$[\text{H}^+]^2 = 10^{-14}$$

$$[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] = \sqrt{10^{-14}} = 10^{-7} \text{ моль/л}$$

Значення рН обчислюється як від'ємний десятковий логарифм активності іонів H^+ (або, точніше, для водних розчинів – іонів гідроксонію $[\text{H}_3\text{O}^+]$) і є безрозмірною величиною:

$$\text{pH} = -\lg a_{\text{H}_3\text{O}^+} \approx -\lg[\text{H}^+]$$

Тут і далі квадратні дужки [] позначають рівноважну концентрацію. Отже, для нейтральних водних розчинів значення рН рівне 7, для лужних – більше 7, для кислих – менше. Із значення рН можна розрахувати рОН:

$$\text{pOH} = -\lg a_{\text{OH}^-} \approx -\lg[\text{OH}^-] \approx -\lg C_{\text{основи}} \quad - \text{гідроксильний показник}$$

$$\text{pH} + \text{pOH} = 14 \quad \text{pH} = K_w - \text{pOH} = 14 - \text{pOH}$$

рН більшості відомих водних розчинів коливається між значеннями 0 та 14. Відомі розчини із значенням рН меншим нуля та більшим 14, але у таких випадках замість рН, як характеристики кислотності розчину, зазвичай користуються концентрацією кислоти або лугу.

Деякі значення рН	
Речовина	рН
<u>Електроліти</u> у свинцевих акумуляторах	<1,0
<u>Шлунковий сік</u>	1,0–2,0
Лимонний сік (5 % розчин <u>лимонної кислоти</u>)	2,0 ± 0,3
Харчовий <u>оцет</u>	2,4
<u>Кока-кола</u>	3,0 ± 0,3
<u>Яблучний сік</u>	3,0
<u>Пиво</u>	4,5
<u>Кава</u>	5,0
<u>Шампунь</u>	5,5

<u>Чай</u>	5,5
<u>Шкіра</u> здорової людини	5,5
<u>Кислотні дощі</u>	< 5,6
<u>Слина</u>	6,35–6,85
<u>Молоко</u>	6,6–6,9
Чиста <u>вода</u>	7,0
<u>Кров</u>	7,36–7,44
<u>Морська вода</u>	8,0
<u>Мило</u> (жирове) для рук	9,0–10,0
<u>Нашатирний спирт</u>	11,5
<u>Відбілювач</u> (хлорне вапно)	12,5
Концентровані розчини <u>лугів</u>	>13

РОЗРАХУНОК pH СЕРЕДОВИЩА

Розрахунок pH залежить від сили кислот і основ, тобто від ступеня їх дисоціації

- Сильні кислоти: HCl, H₂SO₄, HNO₃, HClO₄, HBr, HI
- Слабкі кислоти: H₂CO₃, CH₃COOH, H₂S, HCN
- Сильні основи: луги
- Слабкі основи: NH₄OH, аміни.

Розрахунки pH у водних розчинах протолітів

Система	Формула
Сильна кислота	$pH = -\lg C_{к-ти}$
Сильна основа	$pH = 14 + \lg C_{осн.}$
Слабка кислота	$pH = 1/2 pK_{к-ти} - 1/2 \lg C_{к-ти}$
Слабка основа	$pH = 14 - 1/2 pK_{осн} + 1/2 \lg C_{осн.}$
Кисла соль	$pH = \frac{pK_1 + pK_2}{2}$
<i>Солі, що гідролізуються</i>	
Соль сильної основи та слабкої кислоти	$pH = 7 + 1/2 pK_{к-ти} + 1/2 \lg C_{солі.}$
Соль слабкої основи та сильної кислоти	$pH = 7 - 1/2 pK_{осн} - 1/2 \lg C_{солі.}$
Соль слабкої основи та слабкої кислоти	$pH = 7 + 1/2 pK_{к-ти} - 1/2 pK_{осн}$

Приклад 1

Визначити рН у 0,002 М розчині HNO_3 .

Розв'язання:

HNO_3 – сильна кислота, тому користуючись відповідними формулами знаходимо: $\text{pH} = -\lg C_{\text{к-ти}} = -\lg 0,002 = 2,7$.

Приклад 2

Чому дорівнює концентрація іонів гідроксонія і гідроксила у водному розчині з $\text{pH} = 5,20$?

Розв'язання:

$$\text{pH} = -\lg [\text{H}^+]; \quad \lg [\text{H}^+] = -\text{pH}; \quad \lg [\text{H}^+] = -5,20$$

$$[\text{H}^+] = 6,30 \cdot 10^{-6} \text{ М}$$

$$[\text{OH}^-] = K_{\text{H}_2\text{O}} / [\text{H}^+] = 1 \cdot 10^{-14} / 6,30 \cdot 10^{-6} = 1,58 \cdot 10^{-9} \text{ М}$$

Приклад 3

Розрахуйте рН та рОН розчину з молярною концентрацією ацетату натрію 0,2 М.

Розв'язання:

CH_3COONa – соль, що складається з слабкої кислоти CH_3COOH та сильної основи NaOH . Користуючись формулами таблиці знаходимо:

$$\text{pH} = 7 + 1/2 \text{p}K_{\text{к-ти}} + 1/2 \lg C_{\text{солі}}$$

Із довідника: $\text{p}K_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 4,76$

$$\text{pH} = 7 + 1/2 \cdot 4,76 + 1/2 \cdot \lg 0,2 = 9,03$$

$$\text{pOH} = 14 - \text{pH} = 14 - 9,03 = 4,97$$

Кислотність водних розчинів можна визначити, використовуючи індикатори – сполуки, що змінюють забарвлення при протонуванні/депротонуванні, тобто приєднанні чи відщепленні катіона водню. До найрозповсюдженіших кислотно-основних індикаторів належать фенолфталеїн, лакмус, метилоранж тощо.

Індикатори	Нейтральне середовище	Кисле середовище	Лужне середовище
Лакмус	Фіолетовий	Червоний	Синій
Метилевий оранжевий	Оранжевий	Рожевий	Жовтий
Фенолфталеїн	Безбарвний	Безбарвний	Малиновий

Водневий показник водних розчинів можна приблизно визначити, використовуючи тест-шкали, наприклад, лакмусовий папірець – це смужка фільтрувального папірця, просочена розчином лакмусу.



Для більш точного визначення рН використовують рН-метри, що мають скляний електрод, винятково чутливий до іонів H^+ , але майже нечутливий до інших катіонів. Сигнал від такого електрода, поміщеного у дослідний розчин, підсилюється і порівнюється із сигналом від розчину з точно відомим значенням рН.



Індикатори

Хімічні індикатори – речовини, які вносять у невеликій кількості в аналізований розчин, і вони свідчать за ледь помітною ознакою (зміною забарвлення, утворенням осаду, зміною люмінесценції) про закінчення хімічної реакції або зміну концентрації водневих іонів у розчині. Індикатори застосовують найчастіше в об'ємному аналізі для фіксування кінцевої точки титрування.

Індикатори поділяють на внутрішні і зовнішні. Перші вводять до розчину, який аналізують. Реакцію із зовнішніми індикатором проводять поза аналізованою пробою: фільтрувальний папір просочують розчином індикатора і на нього наносять краплю розчину, що аналізують.

Відповідно до класифікації об'ємних методів аналізу розрізняють кислотно-основні, адсорбційні, комплексонометричні (металохромні індикатори), окисно-відновні і специфічні.

Розчини та індикаторні суміші готують з тонкорозтертих індикаторів і допоміжних речовин кваліфікації "хімічно чистий" або "чистий для аналізу". Наважку індикатору беруть з точністю 0,001 г і розчиняють у мірній колбі (розчин індикатору) або розтирають і перемішують у ступці з допоміжною речовиною (індикаторною сумішшю).

Для приготування розчинів індикаторів у розчині натру їдкого (0,02 моль/л) наважку індикатору розтирають у ступці з розчином луку до розчинення. Отриманий розчин переносять у мірну колбу. **З водорозчинних індикаторів готують 0,04 % водні розчини.** Кількість індикатору, яку треба додати, повинна бути вказана. Розчини та індикаторні суміші готують у витяжній шафі з використанням індивідуальних засобів захисту (респіраторів, захисних окулярів, гумових рукавичок).

Індикатори, індикаторні суміші та розчини індикаторів зберігають у захищеному від світла місці. Індикаторні суміші та розчини змішаних індикаторів зберігають у банках або флаконах оранжевого кольору.

Кислотно-основні індикатори

Механізм дії індикаторів. Кислотно-основні індикатори змінюють свій колір при зміні рН середовища внаслідок зміни концентрації йонів гідрогену. Індикатори існують в дисоційованій і недисоційованій формах, які відрізняються забарвленням. Форми індикатору в розчині знаходяться в рівновазі, яка описується константою:



$$K = \frac{[H^+] \cdot [Ind^-]}{[HInd]}$$

$$pK = pH + \lg \frac{[HInd]}{[Ind^-]}$$

При зміні концентрації йонів гідрогену H^+ відбуваються зсуви рівноваги, які призводять до збільшення концентрації однієї з форм і зменшення іншої. При цьому змінюється забарвлення розчину. Наприклад, фенолфталеїн при $[H^+] > 10^{-9}$ ($pH < 9$) існує в основному в безбарвній недисоційованій формі, в лужному середовищі ($pH > 9$) – в дисоційованій формі червоно-малинового забарвлення. Забарвлення індикатору змінюється в деякому інтервалі змін pH середовища, який називають інтервалом переходу індикатору з однієї форми в іншу. Кожен індикатор має свій інтервал переходу, який залежить від особливостей структури індикатору.

Показник титрування. Індикатори характеризують показником титрування pT , який являє собою величину pH середини інтервалу переходу, коли $[H_{Ind}] = [Ind^-]$. При цьому:

$$pT = pK = pH + \lg \frac{H_{ind}}{Ind^-}$$

Наприклад, метиловий оранжевий змінює забарвлення від червоного до жовтого в інтервалі pH 3,1-4,4 і має показник титрування pT 4,0. При pH 4 половина його молекул знаходиться в недисоційованій, половина – в дисоційованій формі.

Метиловий оранжевий (натрієва сіль 4-диметиламіноазобензол-4'-сульфакислоти). Порошок жовто-оранжевого кольору, який утворює жовті розчини в лужному середовищі. У кислому середовищі індикатор змінює забарвлення до червоного внаслідок утворення хіноїдної сполуки. Інтервал переходу забарвлення в межах pH 3,1–4,4, pT 4. **Використовують 0,1 % водний розчин метилового оранжевого. 0,05 г барвника розчиняють в 100 мл води, індикатор застосовують у кількості 1–4 краплі.**

Метиловий червоний (*M*-диметиламіноазобензол-2-карбонова кислота). Подібний до будови метилового оранжевого. Порошок червоно-бурого кольору. В лужному середовищі знаходиться у вигляді жовтої азоформи, а в кислому переходить у червону хіноїдну форму. Інтервал переходу – в інтервалі змін pH 4,2–6,2, pT 5. **Використовують у вигляді 0,2 % розчину в 60 % етанолі. 0,2 г барвника розчиняють у 100 мл суміші, яка складається із 60 мл етилового спирту і 40 мл води. Індикатор застосовують у кількості 1–3 краплі.**

Лакмус. 1 г барвника розчиняють у 100 мл води. Застосовують 2–10 крапель.

Фенолфталеїн. 4,4-диоксифталофенол, порошок білого кольору. Водні розчини в кислому середовищі безбарвні, в лужному – червоно-малинового кольору внаслідок утворення хіноїдного угруповання. Інтервал переходу при рН 8,0-10,0, рТ 9,0. У лужному середовищі (рН > 12) фенолфталеїн знебарвлюється. Використовують у вигляді 0,1 % розчину в 50 % етанолі. 0,1 г барвника розчиняють у суміші спирту і води (70 мл етанолу і 30мл води).

Таблиця

Характеристика індикаторів

Назва індикатору	Спосіб приготування розчину	Забарвлення індикатору		Інтервал індикатора в рН
		кислотна форма	лужна форма	
Метилоранж	0,1 % водний розчин: 0,05 г барвника розчиняють в 100 мл води	Червона	Жовта	3,1–4,4
Метилчервоний	0,2 % розчину в 60 % етанолі: 0,2 г барвника розчиняють у 100 мл суміші, яка складається із 60 мл етилового спирту і 40 мл води	Червона	Жовта	4,2–6,2
Лакмус	1 г барвника розчиняють у 100 мл води.	Червона	Синя	5,0–8,0
Фенолфталеїн	0,1 % розчину в 50 % етанолі. 0,1г барвника розчиняють у суміші спирту і води (70 мл етанолу і 30 мл води)	Безбарвна	Малинова	8,0–9,8

рН-Метри

рН-Метрія – це визначення концентрації йонів гідрогену або реакції розчину (його кислотності або лужності), яка проводиться за допомогою приладу рН-метра.

Принципова схема рН-метра (рис 26). Для вимірювання величини рН використовують електродну систему зі скляним електродом, електрорушійна сила якого залежить від активності йонів гідрогену в розчині.

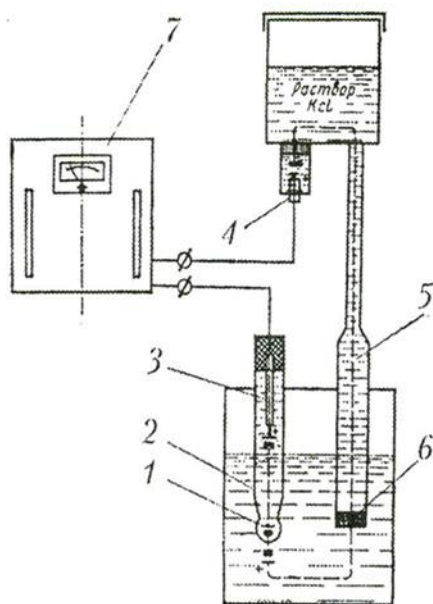


Рис. 26. Схема будови рН-метра:

- 1 – трубка з напаяною на конус кулею;
- 2 – скляний електрод;
- 3 – внутрішній контактний електрод;
- 4 – контактний електрод зовнішній;
- 5 – трубка з насиченим розчином хлориду калію;
- 6 – пориста перегородка;
- 7 – мілівольтметр

Скляний електрод (2) являє собою трубку з напаяною на конус кулею (1).

При зануренні електрода в розчин між поверхнею кулі електрода і розчином відбувається обмін йонами, внаслідок чого йони літію в поверхневих шарах скла заміщуються йонами гідрогену, і скляний електрод набуває властивостей водневого електрода.

Між поверхнею скла і досліджуванним розчином виникає різниця потенціалів, величина яких визначається активністю водню в розчині.

Для створення електричного ланцюга при вимірюванні використовують контактні електроди: внутрішній контактний електрод (3), який здійснює електричний контакт з розчином (заповнює внутрішню частину електрода), і зовнішній контактний електрод (допоміжний) (4), який здійснює контакт з досліджуванним розчином.

Щоб захистити допоміжний електрод від дії високих температур (при вимірюванні рН гарячих розчинів), допоміжний електрод поміщують поза досліджуванним розчином і з'єднують з ним за допомогою трубки (5), яка заповнена насиченим розчином хлориду калію. Ця трубка закінчується

пористою перегородкою (6). Розчин хлориду калію безперервно просочується через пористу перегородку, що запобігає проникненню з досліджуваного розчину в систему електрода (4) сторонніх йонів, які можуть змінити величину електрорушійної сили (ЕРС) електрода.

ЕРС електродної системи залежить від величини рН розчину.

Вимірюванням ЕРС електродної системи за допомогою електричного мілівольтметра (7), шкала якого градуйована в одиницях рН, визначають величину рН досліджуваного розчину.

рН-Метр з датчиком – це настільний лабораторний прилад.

Елементи вимірювальної схеми приладу і його електронний підсилювач розміщені в металевому корпусі. Управління приладом виведено на його передню панель. У верхній частині панелі встановлено покажчик, шкала якого пронумерована в одиницях рН і мілівольтах (мВ).

Ліворуч від покажчика є контрольна лампочка, яка сигналізує про те, що рН-метр увімкнений. Прилад вмикається за допомогою тумблера. В середній частині передньої панелі встановлені два перемикачі, які призначені для вмикання рН-метра на потрібні межі вимірювання і вид роботи.

Перемикач призначений для вмикання меж вимірювання 200+ +1400 мВ і + 200+ - 1400 мВ. При вимірюванні рН перемикач встановлюють у середнє положення.

Межі вимірювання рН устанавлюються перемикачем.

Праворуч на передній панелі приладу нанесено шкалу температури від 0 до 100 °С з ціною поділки 2 °С і ручкою ручної температурної компенсації.

Ліворуч знаходиться гніздо для вмикання штекера.

Будова лабораторного датчика. Датчик призначений для закріплення електродів і встановлення посудини з досліджуванним розчином при вимірюванні величини рН.

Під електродами на штативі закріплюється обертальний столик, на який кладуть у склянку з досліджуваною рідиною. За допомогою стопора столик можна встановити на потрібній висоті. Столик можна повертати на кут 90° праворуч і фіксувати в будь-якому положенні. Круглий гумовий килимок можна знімати зі столика для промивання.

Датчик підключається до приладу штекером, який вставляють у гніздо з написом "Датчик" на передній панелі приладу.

Техніка роботи з приладом

Підготовка приладу до роботи

1. Увімкнути прилад у мережу на 220 В для прогрівання за 30 хв. до початку роботи.

2. Увімкнути прилад за допомогою тумблера на передній панелі приладу, встановивши його в положення "увімкнено". При цьому на панелі приладу загоряється червона лампочка.
3. Установити стрілку на нульову (початкову) позначку шкали, повертаючи викруткою коректор нуля.
4. Відрегулювати висоту встановлення скляного електрода і наконечника допоміжного електрода так, щоб вони при вимірюванні занурювались у розчин на 20–40 мм і виступали з екрана на 40–80 мм.
5. Відрегулювати положення столика під електродами. При закріпленні опори слід звернути увагу на те, щоб столик, відведений у крайнє праве положення, був під електродами і повертався ліворуч на 90°.
6. Щоб занурити електроди в розчин, необхідно лівою рукою відвести столик ліворуч на 90°; взяти склянку з розчином у праву руку і підставити її під електроди; лівою рукою повернути столик під електроди; поставити склянку на столик.
7. Установити столик зі склянкою на такій висоті, щоб занурити в нього електроди на 20–40 мм.

Правила роботи з приладом

1. При експлуатації приладу не слід допускати висихання скляного електрода, оскільки це може призвести до зміни його характеристик. Поза роботою приладу скляний електрод постійно повинен бути у склянці з дистильованою водою.
2. Допоміжний електрод періодично поповнюються насиченим при кімнатній температурі розчином хлориду калію.
3. Недопустиме довготривале перебування електродів у концентрованих кислотах і лугах.
4. Якщо на електродах утворилися плівки, їх можна ліквідувати органічними розчинниками, кислотами або лугами. Після цього електроди слід дуже ретельно промити водою, а показання приладу повинні бути перевірені хоча б в одному з буферних розчинів.
5. Після закінчення роботи з приладом електроди занурюють у воду.

Перевірка роботи приладу за розчинами з точно відомим значенням рН (буферними розчинами)

Перевіряють роботу приладу за допомогою стандартних буферних розчинів, які випускають спеціально з цією метою. Реактиви мають помітку "Для рН-метрії", їх випускають у вигляді фіксаналів, розрахованих на приготування 1 л буферного розчину.

Перевірка повинна проводитись за стандартними буферними розчинами 1,68 рН (0,05 М розчин оксалату калію), 4,00 рН (0,05 М розчин калію гідрофталату) і 9,18 рН (0,01 М розчин натрію тетраборату) за температури 20 °С.

Крім стандартних розчинів, можна користуватись 0,1 н розчином соляної кислоти, виготовленим з фіксаналу.

1. Електроди перед зануренням у буферний розчин необхідно ретельно промити дистильованою водою. Дистильовану воду налити в склянку і занурити в неї електроди і термометр. Цю маніпуляцію повторити декілька разів. Надлишок води видалити з електродів фільтрувальним папером.
2. Електроди помістити в стандартний буферний розчин з рН 4,00.
3. Перемикачем "Межі вимірювання" ввімкнути прилад на межі (2–6), в діапазоні яких лежить рН даного розчину.
4. Установити стрілку температурного коректора навпроти від позначки, яка відповідає температурі буферного розчину.
5. Ручкою "Налагодження за буферним розчином" установити стрілку вказаного приладу на позначці 4,00 рН за шкалою приладу.
6. Перевірити показання приладу за стандартними буферними розчинами 1,68 рН (у діапазоні вимірювання -2-И-2), 4,00 рН (у діапазоні вимірювання -2-М-6) і 9,18 рН (у діапазоні вимірювання – 6++10).
7. Перевірити показання приладу за тими самими буферними розчинами в діапазоні вимірювання -2++14 рН.

Вимірювання рН розчинів

1. Перед тим як вимірювати рН досліджуваних розчинів, необхідно перевірити прилад за стандартними буферними розчинами. Якщо рН досліджуваних розчинів змінюється в невеликих межах, то достатня перевірка за одним із стандартних буферних розчинів. Рекомендується використовувати буферний розчин, величина рН якого лежить у тому самому діапазоні вимірювання, що й значення рН досліджуваного розчину.
2. Перш ніж занурити електроди в контрольний розчин, їх необхідно ретельно промити дистильованою водою, надлишок води видалити фільтрувальним папером.
3. У хімічно чисту суху склянку налити досліджуваний розчин.
4. Занурити в досліджуваний розчин електроди і термометр.
5. Установити стрілку температурного коректора навпроти позначки, яка відповідає температурі досліджуваного розчину. Межі вимірювання були встановлені раніше під час перевірки роботи приладу за буферним

розчином, величина рН якого лежить у тому самому діапазоні вимірювання.

6. Візьміть відлік величини рН досліджуваного розчину за шкалою приладу (час установлення показів близько 1 хв). Відлік величини рН досліджуваного розчину беруть за шкалою показового приладу. Час установлення показів не перевищує 1 хв. При встановленні покажчика меж вимірювання в положення " -2-Й-14" відлік беруть за нижньою шкалою покажчика, пронумерованого в одиницях рН від 2 до 14. При роботі у вузьких діапазонах вимірювання 4 одиниці рН діляться на всю шкалу. Рекомендується таке правило відліку показників:

Вимірювальна величина рН	Початкове значення рН для даного діапазону (нижня межа вимірювання)	Показник, відрахований по верхній шкалі
--------------------------	---	---

7. Запишіть результати аналізу в робочий журнал.

Хід роботи

1. Приготування розчинів індикаторів:

Метилловий оранжевий	Метилловий червоний	Фенолфталеїн
1. Зважте 0,05 г барвника (метилоранжу). 2. Розчиніть наважку в 100 мл води	1. Зважте 0,2 г барвника (метилового червоного). 2. Розчиніть наважку в суміші (60 мл метилового спирту і 40 мл води)	1. Зважте 0,1 г барвника (фенолфталеїну). 2. Розчиніть наважку в суміші (70 мл етанолу і 30 мл води)

2. Визначення кислотності середовища кислот та лугів за допомогою індикаторів, універсального індикаторного папірцю та тест-шкали.

- Приготувати розчини кислот та основ розведенням з більш концентрованих.
- Розрахувати рН цих розчинів відповідно до їх концентрацій.
- Визначити кислотність розчинів за допомогою індикаторів та універсального індикаторного папірця.
- Уточнити рН досліджених розчинів за допомогою рН-метра.

Розчин	Визначення рН за допомогою					
	індикатора		індикаторного папірця		рН-метра	
	Спостереження	рН	Спостереження	рН	рН _{теор.} (формула та розрахунок)	рН _{практ}
Дист. вода						
0,1 М розчин НСІ						
0,01 М розчин НСІ						
0,1 М розчин Н ₂ С ₂ О ₄						
0,01 М розчин Н ₂ С ₂ О ₄						
0,1 М розчин NaOH						
0,01 М розчин NaOH						
0,1 М розчин NH ₄ OH						
0,01 М розчин NH ₄ OH						
0,1 М розчин солі						

Висновок:

Питання для самоконтролю

1. рН розчинів.
2. рН розчинів кислот та основ.
3. Що таке індикатор?
4. У якому методі визначення застосовують індикатори?
5. Які є види індикаторів?
6. Як приготувати індикатори?
7. Будова рН-метра.
8. На чому базується дія рН-метра?
9. Що називається електрорушійною силою?
10. Яка залежність між ЕРС електродної системи і рН досліджуваного розчину?
11. Як підготувати прилад до роботи?
12. Що називають буферним розчином? Які його властивості?

13. Що називають фіксаналом?
14. Для чого разом з електродами в досліджуваний розчин опускають термометр?
15. Як вимірюють рН розчин? 10. Як зняти показники приладу?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 11

Буферні розчини та їх приготування

Матеріальне забезпечення

Буферні розчини: фосфатний, ацетатний, аміачний, рН-метр. колби, піпетки, 0,1 М розчини оцтової кислоти, ацетату натрію, гідро- і дигідрофосфату натрію, аміаку і хлориду амонію, дистильована вода.

Навчальна мета

Знати:

1. Класифікацію буферних систем.
2. Роль буферних розчинів у людському організмі.

Уміти:

1. Приготувати буферний розчин з певним значенням рН.
2. Визначати рН буферних розчинів.

План проведення заняття

1. Поняття буферного розчину.
2. Приготування ацетатного буферного розчину з певним значенням рН.
2. Визначення рН буферних розчинів.

Теоретичні відомості

Буферні розчини

У хімії, біології, медицині, промислового виробництві ті чи інші процеси дуже часто відбуваються при постійних значеннях рН, а під час реакцій йони гідрогену можуть вбиратися або виділятися. Щоб процес відбувався при сталому значенні рН, у розчин вводять буферні суміші, які вбирають йони гідрогену або гідроксид-йони, і значення рН розчину практично не змінюється.

- Властивість буферних розчинів зберігати незмінною концентрацію іонів водню при розведенні, додаванні до них невеликих кількостей сильних кислот або лугів називається буферною дією.
- Розчини, що містять одночасно якусь слабку кислоту та її сіль або якусь слабку основу та її сіль (тобто суміш супрЯженої кислоти та основи), що мають буферну дію, називають буферними розчинами.

Класифікація кислотно-основних буферних систем

Буферні системи можуть бути чотирьох типів.

1. Слабка кислота та її аніон. Наприклад, ацетатна буферна система $\text{CH}_3\text{COO}^-/\text{CH}_3\text{COOH}$ у розчині CH_3COONa і CH_3COOH , діапазон дії – рН 3,8–5,8. Гідрогенкарбонатна система $\text{HCO}_3^-/\text{H}_2\text{CO}_3$ в розчині NaHCO_3 і H_2CO_3 , діапазон дії – рН 5,4–7,4.

2. Слабка основа і її катіон. (B/BH^+). Наприклад, аміачна буферна система $\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$ у розчині NH_3 і NH_4Cl , діапазон її дії – рН 8,2–10,2.

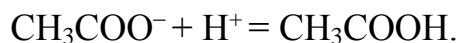
3. Аніони кислої і середньої солі або кислотних солей. Наприклад, фосфатна буферна система $\text{HPO}_4^{2-}/\text{H}_2\text{PO}_4^-$ у розчині Na_2HPO_4 і NaH_2PO_4 , діапазон їх дії рН – 6,2–8,2.

4. Йони і молекули амфолітів. До них належать амінокислоти і білкові буферні системи. Якщо амінокислоти і білки перебувають в ізоелектричному стані (сумарний заряд молекул рівний нулю), то розчини цих сполук не є буферними. Вони проявляють буферну дію, коли до них додавати деяку кількість кислоти або лугу. Тоді частина білка (амінокислоти) переходить із ізоелектронного стану в форму білок – амінокислота або відповідає формулі білок – основа. При цьому виникає система двох форм білка: а) слабкий білок – кислота + сіль цієї слабкої кислоти; б) слабкий білок – основа + сіль цієї слабкої основи.

Механізм буферної дії можна розглянути на прикладі ацетатної буферної системи $\text{CH}_3\text{COO}^-/\text{CH}_3\text{COOH}$, в основі дії якої лежить кислотно-основна рівновага:



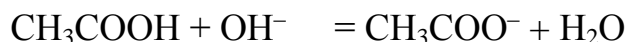
Основне джерело ацетат-йонів – сильний електроліт ацетат CH_3COONa – при додаванні сильної кислоти основа CH_3COO^- зв'язує додаткові йони H^+ , перетворюючись на слабку оцтову кислоту:



Кислотно-основна рівновага зміщується ліворуч за принципом Ле Шательє.

Зменшення концентрації аніонів CH_3COO^- точно зрівноважується підвищенням концентрації молекул CH_3COOH . У результаті відбувається невелика зміна в співвідношенні концентрацій слабкої кислоти та її солі, а значить і ненабагато змінюється рН.

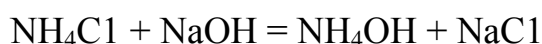
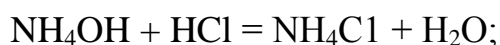
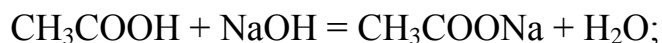
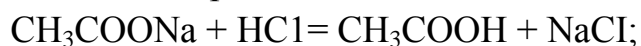
При додаванні лугу протони оцтової кислоти (резервна кислотність) вивільняються і нейтралізують додаткові йони OH^- , зв'язуючи їх у молекули води:



Кислотно-основна рівновага зміщується праворуч за принципом Ле Шательє.

У цьому випадку відбувається невелика зміна в співвідношенні концентрації слабкої кислоти та її солі, а значить, і незначна зміна рН. Зменшення концентрацій слабкої кислоти CH_3COOH точно зрівноважується підвищенням концентрації аніонів CH_3COO^- .

При додаванні до цих сумішей сильної кислоти або сильної основи відбуваються такі реакції:



Отже, при дії на буферний розчин сильної кислоти або сильної основи змінюється концентрація слабкої кислоти (або слабкої основи). Проте рН розчину практично не змінюється. Це пояснюється тим, що слабка кислота (або слабка основа) мало дисоціює, а за наявності однойменних йонів її солі дисоціація відбувається ще меншою мірою. Таким чином, рН буферної суміші під впливом сильної основи або сильної кислоти практично не змінюється.

Не змінюється рН буферної суміші і при розведенні, тому що залежить лише від співвідношення концентрації солі та кислоти. Це видно з формули, яку використовують для обчислення рН буферної суміші:

$$\text{pH} = \text{pK}_{\text{к-ти}} + \lg \frac{C_{\text{солі}}}{C_{\text{к-ти}}}$$

де $\text{pK}_{\text{к-ти}} = -\lg K_{\text{к-ти}}$.

Для буферної суміші, що складається із слабкої основи та її солі, формула для обчислення рОН така:

$$\text{pOH} = \text{pK}_{\text{основи}} + \lg \frac{C_{\text{солі}}}{C_{\text{основи}}}$$

де $\text{pK}_{\text{основи}} = -\lg K_{\text{основи}}$.

У хімічному аналізі використовують такі буферні суміші: борної кислоти і борату натрію, одно- і двозаміщених фосфатів калію, винної кислоти та її солі, лимонної кислоти та її солі тощо.

Кожний буферний розчин має певну *буферну ємність* – здатність розчину зберігати сталу величину рН при додаванні кислот або лугів. Вона визначається **кількістю еквівалентних мас кислоти (або лугу), яку треба додати, щоб величина рН 1 л буферного розчину змінилася на одиницю.**

Буферні розчини часто використовують у хімічній промисловості в якісному та кількісному аналізах, коли потрібно виконати реакцію при певному значенні рН.

Буферні розчини широко застосовуються в аналітичній хімії. В якісному аналізі багато процесів осадження малорозчинних електролітів проходять при певному значенні рН розчину. Осадження йонів кальцію у вигляді солі $\text{CaK}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ відбувається при певному значенні рН. З цією метою додають буферну суміш NH_4Cl .

Щоб виявити йони магнію за допомогою моногідрофосфату натрію, застосовують буферну суміш ($\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$). Вона створює рН 8,5, при якому гідроксид магнію не осаджується, а йон магнію виділяється у вигляді солі MgNH_4PO_4 .

Коли за допомогою дихромату калію виявляють йони барію в оцтовокислому середовищі за наявності йонів стронцію, відбувається така реакція:



У результаті реакції утворюється жовтий осад хромату барію, який розчиняється в кислоті. Ось чому виділення йонів водню під час реакції – явище небажане. Щоб реакція відбувалася до кінця, розчин потрібно нейтралізувати. Використовувати для цього розчин лугу не можна, оскільки в лужному середовищі осаджуватиметься хромат стронцію. Тому йони водню, що виділяються в результаті реакції, зв'язують додаванням розчину ацетату натрію. Утворюється буферна суміш, у якій рН близько 5. При цьому значенні рН стронцій залишається в розчині, йони барію повністю осаджуються.

Буферні розчини широко застосовуються і в кількісному аналізі. Гравіметричне визначення багатьох йонів (Al^{3+} , Mg^{2+} та ін.) відбувається за певного значення рН розчину, яке створюється за допомогою тієї чи іншої буферної суміші. Титриметричне визначення багатьох металів трилоном Б проходить при певному значенні рН (8-10). Необхідне середовище створюється додаванням до розчину амонійної буферної суміші ($\text{NH}_4(\text{OH}) + \text{NH}_4\text{Cl}$).

Буферні суміші використовують при титруванні слабких основ і слабких кислот. У цьому разі наприкінці титрування утворюються солі слабких кислот або основ і трохи вільної кислоти або основи. Тому щоб правильно вибрати індикатор, потрібно враховувати утворення буферної суміші і, виходячи з цього, обчислювати рН у точці еквівалентності.

Буферні розчини відіграють важливу роль у житті організму, забезпечуючи стаке рН його внутрішнього середовища.

В організмі людини є такі буферні системи

1. Фосфатний буфер ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 + \text{Na}_2\text{HPO}_4$)
2. Гідрокарбонатний $\text{H}_2\text{CO}_3 + \text{NaHCO}_3$
3. Гемоглобінний (амінокислотний)
4. Білковий

Якщо в крові якимось чином створюється надлишок йонів H^+ , то він зв'язується з одним із компонентів тієї чи іншої буферної системи. Завдяки цьому в організмі людини сталим є рН не тільки крові (7,36-7,40), а й слини (7,0), жовчі (8,0) тощо. Зміна рН крові й жовчі може відбутися при різних захворюваннях. Наприклад, у тяжких випадках цукрового діабету рН крові зміщується в кислу сторону (ацидоз), а при тяжкій нирковій або печінковій недостатності може зміститися рН крові в лужний бік (алкалоз).

Буферні розчини з заданими параметрами можна приготувати:

- 1) розраховуючи кількості компонентів системи;
- 2) використовуючи довідникову літературу, наприклад «Довідник з аналітичної хімії», Лур'є Ю.Ю.;
- 3) з фіксаналів. Наприклад, набір для буферних розчинів (Тип 4, рН 6,86) стандарт-титр – використовується в титриметричному аналізі і необхідний для приготування буферних розчинів робочих еталонів рН 2-го розряду.

Набір складається з 6 ампул 2-го типу з наважками калію фосфорнокислого однозаміщеного і натрію фосфорнокислого двозаміщеного, рН 6,86. Стандарт-титр забезпечує високоточні характеристики при проведенні аналізу, і зручний при використанні і зберіганні. Кожна партія готових стандарт-титрів проходить обов'язковий контроль якості.



Хід роботи

Приготування буферних розчинів і визначення буферної ємності

Завдання роботи: приготувати буферні розчини з різним значенням рН. Визначити вплив розведення, додавання сильних електролітів на значення рН буферних розчинів. Визначити потенціометрично зміну рН буферних розчинів з різним співвідношенням кислоти і солі при додаванні сильної кислоти або сильної основи. Визначити буферну ємність розчину.

Виконання роботи:

Дослід 1. Приготування буферних розчинів

Приготувати ацетатний буферний розчин з певним значенням рН (Кожен студент отримує своє завдання).

В колбу на 1 л налити необхідні об'єми 0,1М розчинів оцтової кислоти і ацетату натрію, розрахувати рН буферних розчинів і перевірити рН приготованих буферних розчинів за допомогою рН-метра. Результати занести в таблицю:

Буферний розчин	Компоненти та співвідношення $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{CH}_3\text{COONa}$	Константа іонізації	Розраховане значення рН	Виміряне значення рН
ацетатний	90:10	$K_a = 1,75 \cdot 10^{-5}$		
	70:30			
	50:50			
	30:70			
	10:90			

Дослід 2. Вплив розведення на рН буферних розчинів

Виконання роботи: В одну колбу налити 20 мл, в іншу – 1 мл ацетатного буфера, приготованого в першому досвіді. Розчин в першій колбі розвести в 2 рази, а в другій – в 100 разів. За допомогою рН-метра визначити рН розведених буферних розчинів і порівняти з вихідним значенням рН. (У звіті слід привести рН після розведення і дати пояснення.)

Дослід 3. Залежність буферної ємності розчину від його складу

Будь-яка буферна суміш практично зберігає сталість рН лише за умови додавання невеликої визначеної кількості кислоти або лугу. Кількісною мірою здатності буферних систем підтримувати рН незмінним є *буферна ємність*.

Вона виражається в моль/л або, частіше, в ммоль/л і обчислюється за такими формулами:

$$V_{\text{к}} = \frac{C\left(\frac{1}{Z}\right)_{\text{к-ти}} \cdot V_{\text{к-ти}}}{V_{\text{буф.р-ну}} \cdot \Delta pH} \qquad V_{\text{л}} = \frac{C\left(\frac{1}{Z}\right)_{\text{лугу}} \cdot V_{\text{лугу}}}{V_{\text{буф.р-ну}} \cdot \Delta pH}$$

де: $V_{\text{к}}$ – буферна ємність за кислотою; $V_{\text{л}}$ – буферна ємність за лугом; ΔpH – зміна pH буферної системи при додаванні кислоти (лугу);

$V_{\text{буф.р-ну}}$ – об'єм буферного розчину

Буферна ємність тим більша, чим більша концентрація компонентів буферного розчину, при цьому співвідношення їх концентрацій має дорівнювати одиниці.

Виконання роботи: Приготувати 2 серії з п'яти колб буферних розчинів. У кожену колбу налити по 100 мл ацетатного буфера з буферним співвідношенням: 90:10; 70:30; 50:50; 30:70 і 10:90. Виміряти pH вихідних буферних розчинів за допомогою pH-метра. У всі буферні суміші першої серії додати по 2 мл 0,1 н розчину NaOH, а другий серії – 2 мл 0,1 н розчину HCl, ретельно перемішати розчини і знову виміряти pH. Розрахувати в кожному випадку буферну ємність по кислоті і основи. Результати занести в таблицю.

Буферне співвідношення	Початкове значення pH	pH після додавання NaOH	pH	Буферна ємність по підставі	pH після додавання HCl	pH	Буферна ємність по кислоті
90:10							
70:30							
50:50							
30:70							
10:90							

Побудувати на підставі отриманих даних графік залежності буферної ємності по кислоті і основи від співвідношення кількості кислоти і солі буферного розчину.

У звіті пояснити хід кривих залежності буферної ємності від співвідношення кількостей компонентів буферної системи, пояснити, чому хід кривих різний.

- Заповнити одну бюретку розчином хлоридної кислоти, другу – розчином натрій гідроксиду з $c(\text{HCl}) = c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/л.

- До одного із ацетатних буферів додати розчин HCl ($c(\text{HCl})=0,1$ моль/л) при постійному перемішуванні до зміни pH_0 розчину на одиницю – $\Delta\text{pH}_k = \text{pH}_0 - \text{pH}_1 = 1$ (pH_1 розчину контролювати за допомогою рН-метра або іономіра).
- До другого ацетатного буферного розчину за допомогою бюретки додати розчин NaOH ($c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/л) при постійному перемішуванні до зміни pH_0 розчину на одиницю – $\Delta\text{pH}_{\text{осн.}} = \text{pH}_2 - \text{pH}_0 = 1$ (pH_2 розчину контролювати за допомогою рН-метра або іономіра).
- Виміряні значення об'єму розчинів HCl і NaOH та pH_0 , pH_1 , pH_2 занести до таблиці.

Таблиця

Результати визначення буферної ємності

№	Об'єм розчинів, л					рН буферного розчину			В _к В _л
	CH ₃ COONa	CH ₃ COOH	буферного розчину	HCl	NaOH	pH ₀	pH ₁	ΔpH	
1	5·10 ⁻³	5·10 ⁻³			–				
2	5·10 ⁻³	5·10 ⁻³		–					

$c(\text{CH}_3\text{COOH}) =$ моль/л $c(\text{CH}_3\text{COONa}) =$ моль/л

$c(\text{HCl}) =$ моль/л $c(\text{NaOH}) =$ моль/л

В_к =

В_л =

Фосфатні системи

рН	0,2 М Na ₂ HPO ₄ , мл	0,1 М лимонна кислота, мл	рН	0,2 М Na ₂ HPO ₄ , мл	0,1 М лимонна кислота, мл
2,4	1,24	18,76	5,6	11,60	8,40
3,0	4,11	15,89	6,0	12,63	7,37
3,4	5,70	14,30	6,4	13,85	6,15
4,0	7,71	12,29	7,0	16,47	3,53
4,6	9,35	10,65	7,6	18,73	1,27
5,0	10,30	9,70	8,0	19,45	0,55

Універсальні системи

До 100 мл системи однакових об'ємів 0,04 М H_3PO_4 , 0,04 М CH_3COOH і 0,04 М H_3BO_3 додають x мл 0,2 н розчину NaOH

pH	x	pH	X	pH	x
2,09	7,5	6,09	42,5	9,62	75,0
2,56	15,0	6,59	47,5	9,91	77,5
3,29	20,0	7,00	52,5	10,38	80,0
4,1	25,0	7,54	57,5	11,20	85,0
4,56	30,0	7,96	60,0	11,58	90,0
5,02	35,0	8,69	65,0	11,98	100,0
5,33	37,5	9,15	70,0		

Ацетатний буферний розчин

Для приготування буферного розчину з необхідним значенням pH до вказаного об'єму 1 н розчину оцтової кислоти додають 50 мл 1 н розчину натрій гідроксиду і розбавляють дистильованою водою до 500 мл.

pH	CH_3COOH , 1 н розчин, мл	pH	CH_3COOH , 1 н розчин, мл	pH	CH_3COOH , 1 н розчин, мл
3,8	421,5	4,67	100,0	5,5	57,4
3,9	345,1	4,7	96,8	5,6	55,9
4,0	284,4	4,8	87,2	5,7	54,7
4,1	236,2	4,9	79,5	5,8	53,7
4,2	197,9	5,0	73,4	5,9	53,0
4,3	167,4	5,1	68,6	6,0	52,3
4,4	143,3	5,2	64,8	6,1	51,9
4,5	124,1	5,3	61,7	6,2	51,5
4,6	108,9	5,4	59,3	6,3	51,2

Питання для самоконтролю

1. Які розчини називають буферними?
2. Наведіть приклади буферних сумішей.
3. Як впливає на величину pH буферної суміші, що складається з оцтової кислоти та її натрієвої солі, невелика кількість сильної кислоти?
4. Як впливає на величину pH буферної суміші, що складається з гідроксиду амонію та хлориду амонію, невелика кількість лугу?
5. Чому розведення водою буферної суміші не змінює pH розчину?
6. Наведіть приклади застосування буферних сумішей.
7. Поясніть механізм дії і види буферних розчинів.
8. Поясніть, чому додавання невеликої кількості розчину гідроксиду натрію в буферний розчин ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{H}_3\text{BO}_3$) не змінює pH середовища.
9. Поясніть, чому розведення в 100 разів буферної суміші, що складається з NH_4OH і NH_4Cl , не змінює pH середовища.

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Аналітичні методи лабораторних досліджень. Облаштування хімічних аналітичних лабораторій, загально прийяті та додаткові підготовчі роботи для досліджень. Навчальний посібник/ Мельничук Д. О., Мельничук С. Д., Войціцький В. М. та ін.// За редакцією академіка НАН України і НААН України Д. О. Мельничука. К.:, 2016. 242 с.
2. Техніка хімічного експерименту [Електронний ресурс] : підручник для студ. спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія», спеціалізації «Електрохімічні технології неорганічних і органічних матеріалів» / О. В. Косогін, О. В. Лінючева, Ю. С. Мірошніченко; КПІ ім. Ігоря Сікорського. – Електронні текстові дані (1 файл: 8,5 Мбайт). Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2019. 387 с.
3. Чеботарьов О. М., Снігур Д. В. Метрологічні основи хімічного аналізу: підручник. Одеса: ОНУ імені І. І. Мечникова, 2019. 229 с.
4. Іщенко М. В. Обробка даних у хімічному аналізі. Навчальний посібник (для студентів хімічного факультету). Ірпінь : «НУДПС України», 2017. 69 с.
5. Техніка хімічного експерименту: навчально-методичний посібник для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра напряму підготовки «Хімія» / Омелянчик Л. О., Бражко О. А., Завгородній М. П., Генчева В. І., Дерев'янка Н. П. Запоріжжя: ЗНУ, 2015. 121 с.

Навчальне видання

Щербакова Тетяна Михайлівна

Рахлицька Олена Михайлівна

Гузенко Олена Михайлівна

НАВЧАЛЬНА ПРАКТИКА З ТЕХНІКИ ЛАБОРАТОРНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ

НАВЧАЛЬНО-МЕТОДИЧНИЙ ПОСІБНИК

для студентів факультету хімії та фармації
першого (бакалаврського) рівня вищої освіти

Електронне видання мережевого використання

В авторській редакції

Затвердж. авт. 10.12.2024. Шрифт Times New Roman.
Системні вимоги: операційна система сумісна з програмним забезпеченням
для читання файлів формату PDF.
Обсяг 3,8 МБ. Зам. № 2881.

Видавець і виготовлювач
Одеський національний університет імені І. І. Мечникова
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4215 від 22.11.2011 р.
вул. Університетська, 12, м. Одеса, 65082, Україна
Тел.: (048) 723 28 39, e-mail: druk@onu.edu.ua