

**Міністерство освіти і науки України  
Запорізький національний університет**

**В. І. Генчева, О. А. Бражко, Л. О. Омелянчик**

## **ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ**

**Навчально-методичний посібник  
для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра спеціальності «Хімія»  
освітньо-професійної програми «Хімія»**



Запоріжжя  
2024

**Міністерство освіти і науки України  
Запорізький національний університет**

**В. І. Генчева, О. А. Бражко, Л. О. Омелянчик**

**ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ**

Навчально-методичний посібник  
для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра  
спеціальності «Хімія»  
освітньо-професійної програми «Хімія»

Затверджено  
вченою радою ЗНУ  
Протокол № \_\_\_\_ від .04.2024 р.

Запоріжжя  
2024

УДК 542.06(075.8)  
Г348

Генчева В. І., Бражко О. А., Омелянчик Л. О. Техніка експерименту : навчально-методичний посібник для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра спеціальності «Хімія» освітньо-професійної програми «Хімія». Запоріжжя : Запорізький національний університет, 2024. 118 с.

У навчально-методичному посібнику подано зміст лекційного матеріалу та лабораторних робіт відповідно до робочої програми навчальної дисципліни «Техніка експерименту». Увагу акцентовано на особливостях хімічного експерименту та правилах техніки безпеки під час його проведення; хімічному посуді, приладах для хімічного експерименту та специфіці роботи з ними; правилах зважування на технохімічних, торсійних, аналітичних, електронних терезах; принципах постановки сучасного хімічного експерименту; фізико-хімічних методах очистки та ідентифікації хімічних сполук; прикладах розв'язання задач. Структурно кожна лабораторна робота включає мету, перелік хімічних реактивів, хімічного посуду та приладів, детальний алгоритм виконання, питання для актуалізації знань, практичні завдання (задачі).

Для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра, які навчаються за освітньо-професійною програмою «Хімія».

Рецензент

*М. М. Корнет*, кандидат біологічних наук, доцент кафедри хімії

Відповідальний за випуск

*О. А. Бражко*, завідувач кафедри хімії, доктор біологічних наук, професор кафедри хімії

## ЗМІСТ

<b>УМОВНІ ПОЗНАЧЕННЯ</b> .....	5
<b>ВСТУП</b> .....	6
<b>Лекція 1</b>	
ВСТУП ДО КУРСУ «ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ» .....	8
<b>Лекція 2</b>	
ХІМІЧНИЙ СКЛЯНИЙ ТА ФАРФОРОВИЙ ПОСУД: ОСОБЛИВОСТІ РОБОТИ З НИМ. МЕТАЛІЧНІ І НАГРІВАЛЬНІ ПРИЛАДИ ДЛЯ ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ .....	15
<b>Лекція 3</b>	
ТЕХНІКА ЗВАЖУВАННЯ НА ТЕХНОХІМІЧНИХ, ТОРСІЙНИХ, АНАЛІТИЧНИХ, ЕЛЕКТРОННИХ ТЕРЕЗАХ .....	31
<b>Лекція 4</b>	
КРИСТАЛІЗАЦІЯ. ПЕРЕКРИСТАЛІЗАЦІЯ .....	38
<b>Лекція 5</b>	
ПЕРЕГОНКА .....	43
<b>Лекція 6</b>	
ЕКСТРАКЦІЯ .....	51
<b>Лекція 7</b>	
СУБЛІМАЦІЯ .....	58
<b>Лекція 8</b>	
ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ ПЛАВЛЕННЯ .....	60
<b>Лекція 9</b>	
ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ КИПІННЯ .....	62
<b>Лекція 10</b>	
ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ РІДИН .....	65
<b>Лекція 11</b>	
ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКА ЗАЛОМЛЕННЯ .....	68
<b>Лекція 12, 13</b>	
ПРИГОТУВАННЯ ПРИБЛИЗНИХ І ТОЧНИХ РОЗЧИНІВ .....	71
<b>Лекція 14</b>	
ТИПОВІ МЕТОДИ СИНТЕЗУ РЕЧОВИН .....	83
<b>Лабораторна робота 1</b>	
ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ПРИ ПРОВЕДЕННІ ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ.....	88
<b>Лабораторна робота 2</b>	
СКЛЯНИЙ, ФАРФОРОВИЙ ПОСУД, МЕТАЛІЧНІ ТА НАГРІВАЛЬНІ ПРИЛАДИ ДЛЯ ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ.....	95
<b>Лабораторна робота 3</b>	
ТЕХНІКА ЗВАЖУВАННЯ НА ТЕХНОХІМІЧНИХ, ТОРСІЙНИХ, АНАЛІТИЧНИХ, ЕЛЕКТРОННИХ ТЕРЕЗАХ.....	97

<b>Лабораторна робота 4</b>	
ПЕРЕКРИСТАЛІЗАЦІЯ КУПРУМ (II) СУЛЬФАТУ.....	99
<b>Лабораторна робота 5</b>	
ПЕРЕГОНКА ПРИ АТМОСФЕРНОМУ ТИСКУ.....	101
<b>Лабораторна робота 6</b>	
ЕКСТРАКЦІЯ.....	102
<b>Лабораторна робота 7</b>	
СУБЛІМАЦІЯ (ВОЗГОНКА) БЕНЗОЙНОЇ КИСЛОТИ .....	105
<b>Лабораторна робота 8</b>	
ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ ПЛАВЛЕННЯ.....	106
<b>Лабораторна робота 9</b>	
ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ КИПІННЯ.....	107
<b>Лабораторна робота 10</b>	
ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ СПИРТУ ЗА ДОПОМОГОЮ АРЕОМЕТРА.....	108
<b>Лабораторна робота 11</b>	
ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКА ЗАЛОМЛЕННЯ ВОДИ ТА ЕТИЛОВОГО СПИРТУ.....	108
<b>Лабораторна робота 12, 13</b>	
ПРИГОТУВАННЯ ПРИБЛИЗНИХ І ТОЧНИХ РОЗЧИНІВ.....	110
<b>Лабораторна робота 14.1</b>	
ОДЕРЖАННЯ КУПРУМУ З РОЗЧИНІВ ЇЇ СОЛЕЙ.....	111
<b>Лабораторна робота 14.2</b>	
Одержання магній (II) оксиду.....	111
<b>Лабораторна робота 14.3</b>	
ОДЕРЖАННЯ КУПРУМ (II) ГІДРОКСИДУ.....	112
<b>Лабораторна робота 14.4</b>	
ОДЕРЖАННЯ СОЛІ ПЛЮМБУМУ.....	113
<b>ВИКОРИСТАНА ЛІТЕРАТУРА.....</b>	114
<b>РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА.....</b>	114
<b>ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ .....</b>	114
<b>ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО ЛЕКЦІЙ ТА ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ .....</b>	115

## УМОВНІ ПОЗНАЧЕННЯ



– теоретичні відомості



– поняття



– зверніть увагу



– лабораторна робота



– питання для актуалізації знань



– виконайте завдання (розв'яжіть задачі)

## ВСТУП

Курс «Техніка експерименту» є нормативним і належить до циклу професійної підготовки освітньої програми «Хімія» першого (бакалаврського) рівня вищої освіти.

Навчальна дисципліна «Техніка експерименту» передбачає оволодіння студентами прийомами застосування теоретичних знань під час виконання лабораторних робіт; навичками виділення та ідентифікації хімічних сполук; вміннями самостійного опрацювання наукової літератури, а також застосування засвоєних знань для вирішення науково-дослідницьких задач під час виконання лабораторних робіт.

**Метою** викладання навчальної дисципліни «Техніка експерименту» є формування у студентів розуміння принципів постановки сучасного хімічного експерименту, ознайомлення їх з основними фізико-хімічними методами очистки, виділення та ідентифікації хімічних сполук, прийнятих на сучасному рівні науки.

Основним **завданням** вивчення дисципліни «Техніка експерименту» є засвоєння теоретичних і практичних основ хімічного експерименту для вирішення конкретних науково-дослідницьких задач.

У результаті вивчення курсу «Техніка експерименту» здобувач вищої освіти має:

### **Знати:**

- основні правила техніки безпеки в лабораторії при проведенні хімічного експерименту;
- теоретичні основи хімічного експерименту;
- основні методи розділення та ідентифікації хімічних сполук;
- принципи класифікації та зберігання хімічних речовин;
- правила зважування на технохімічних, торсійних, аналітичних, електронних терезах;
- особливості проведення перекристалізації, перегонки, екстракції, сублімації;
- особливості визначення температури плавлення і температури кипіння;
- особливості визначення густини рідини за допомогою ареометра, показника заломлення за допомогою рефрактометра;
- основні способи вираження концентрації розчинів;
- техніку приготування приблизних і точних розчинів;
- особливості приготування розчинів із фіксаналів;
- способи одержання металів, оксидів, основ і солей.

### **Уміти:**

- застосовувати теоретичні знання хімічного експерименту для вирішення конкретних науково-дослідницьких задач;
- користуватися сучасним лабораторним обладнанням хімічної лабораторії, хімічним посудом, реактивами;

- виділяти та ідентифікувати хімічні сполуки;
- проводити перекристалізацію, перегонку, екстракцію та сублімацію;
- визначати температуру плавлення та температуру кипіння;
- готувати приблизні та точні розчини.

У результаті вивчення навчальної дисципліни здобувач вищої освіти повинен набути таких **компетентностей**:

- здатність здійснювати сучасні методи аналізу даних;
- здатність здійснювати типові хімічні лабораторні дослідження;
- здатність здійснювати кількісні вимірювання фізико-хімічних величин, описувати, аналізувати і критично оцінювати експериментальні дані;
- здатність використовувати стандартне хімічне обладнання;
- здатність практично застосовувати набуті знання та навички.

У пропонованому навчально-методичному посібнику «Техніка експерименту» подано зміст програмного матеріалу в конспективній формі та зміст лабораторних робіт. Відтак видання спрямоване як на засвоєння теоретичний знань, так і на їх практичне застосування – оволодіння навичками постановки хімічного експерименту.




## Лекція 1

### ВСТУП ДО КУРСУ «ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ»

#### План

1. Мета, завдання курсу «Техніка експерименту».
2. Особливості хімічного експерименту: планування експерименту, ведення лабораторного журналу.
3. Пошук інформації з хімії.

 **Основні поняття:** хімічний експеримент та його планування, лабораторний журнал, схема реакції.

#### 1. Мета, завдання курсу «Техніка експерименту»

Перш ніж приступити до будь-якого хімічного експерименту, необхідно набути навичок роботи з лабораторним обладнанням, лабораторним хімічним посудом та оволодіти технікою хімічного експерименту.

Хіміки сторіччями вдосконалювали прийоми роботи з речовиною, винаходили різний хімічний посуд і пристосування до нього для здійснення тієї чи іншої операції. Одні прийоми робіт увійшли до класики проведення хімічного експерименту, інші мають історичне значення. У результаті багаторічної роботи хіміків накопичений величезний досвід у виконанні різних синтезів у лабораторних умовах, у дослідженні речовин та їх сумішей.

**Метою** викладання навчальної дисципліни «Техніка експерименту» є формулювання у студентів розуміння про принципи постановки сучасного хімічного експерименту, основні фізико-хімічні методи очистки, виділення та ідентифікації хімічних сполук, прийняті на сучасному рівні науки.

Основним **завданням** вивчення дисципліни «Техніка експерименту» є вивчення теоретичних і практичних основ хімічного експерименту для вирішення конкретних науково-дослідницьких задач.

Згідно з вимогами освітньо-професійної програми студенти повинні досягти таких результатів навчання (компетентностей):

– оперувати знаннями про основні правила техніки безпеки в лабораторії при проведенні хімічного експерименту; особливості проведення перекристалізації, перегонки, екстракції, сублімації, визначення температури плавлення, визначення температури кипіння, визначення густини рідини за допомогою ареометра, визначення показника заломлення за допомогою рефрактометра;

– застосовувати основні знання під час зважування на технохімічних, торсійних, аналітичних, електронних терезах під час експериментальної роботи;

– користуватися хімічним (скляним, фарфоровим) посудом і сучасним лабораторним обладнанням хімічної лабораторії; готувати приблизні і точні розчини, розчини з фіксаналів;

– оперувати знаннями про розчини і розчинність речовини; основні способи вираження концентрації розчинів; техніку приготування і зберігання приблизних розчинів солей, лугів, кислот; способи одержання металів, оксидів, основ, солей;

– застосовувати теоретичні знання хімічного експерименту для вирішення конкретних науково-дослідницьких задач;

– використовувати в роботі довідкову, навчальну літературу, знаходити інші необхідні джерела інформації та працювати з ними.

## **2. Особливості хімічного експерименту: планування експерименту, ведення лабораторного журналу**

**Планування хімічного експерименту** починається з ґрунтовного, критичного читання методики синтезу, подальшого її обговорення з викладачем, науковим керівником. Потім виписують всі вихідні речовини з константами і контролем ступеня чистоти.

Вихідні сполуки тривалого зберігання слід очистити або перегонкою, або кристалізацією, або хроматографічно. Більшість розчинників перед використанням необхідно перегнати. Проводять перерахунок кількостей вихідних речовин залежно від потреби сполук, які синтезують, або наявності цих сполук. Продумують деталі реакційного приладу, способи перемішування і нагрівання.

**Ведення лабораторного журналу** – невід’ємна найважливіша частина в дослідницькій роботі.

Багато хто стикався з проблемою, що через тиждень або місяць після проведення досліду стає неможливо згадати деякі особливості експерименту, які при повторному проведенні того ж експерименту виявляються критичними. Найчастіше одна і та ж реакція, залежно від умов, може зумовлювати отримання різних продуктів.

Порівнявши записи в лабораторному журналі, можна визначити, що і яким чином впливає на хід реакції.

### **1. Лабораторний журнал.**

Для лабораторного журналу потрібно: зошит у клітинку формату А4 або А5 (якщо почерк дрібний) в твердій палітурці, так як журнал постійно переноситься з місця на місце, і кладеться не завжди на чисті поверхні.

Кожен експеримент краще починати з нового аркуша (сторінки), оскільки найчастіше хімікам доводиться робити паралельно й інші реакції.

### **2. Структура.**

#### **1) Назва та номер експерименту**

Кожен новий дослід повинен мати свій номер в лабораторному журналі (наприклад, В1). Для відповідних аналізів (ЯМР, ІЧ, елементний аналіз і т. ін.), можливо вказувати номер В1-1, В1-2 (наприклад, два зразки речовин, що віддали на проведення ЯМР-спектрів).

Бажано, щоб кожен дослід мав власну назву (наприклад, «Одержання реактиву Гриньяра», «Визначення впливу води на хід реакції» і т. ін.), що дозволяє швидко визначити, якою була мета експерименту.

Необхідно вказувати джерело, звідки була взята методика (стаття, диплом, дисертація тощо), що в подальшому зручно використовувати при оформленні звітів, написанні статей і т. ін.

## **2) Схема реакції; використання реагентів / розчинників**

Наприклад, для роботи у галузі органічної хімії часто вистачає написання тільки схеми проведеної реакції, однак, не можна забувати про молярні співвідношення реагентів при розрахунках.

Зручно писати розрахунки мас, об'єму реагентів / розчинників прямо під відповідними формулами.

## **3) Описання реакції**

У даному розділі описують, як проводили реакцію. Записують своїми словами свої дії і спостереження, ні в якому разі не слід переписувати методику зі статті або чужого журналу.

Вказувати слід все, що може вплинути на хід реакції або виділення:

- якість речовин, які використовували і способи їх очищення, якщо очищення проводилася до реакції;
- температуру кімнати, якщо реакція йде при кімнатної температури;
- температуру бані, якщо реакція йде при нагріванні;
- тиск, якщо проводиться проста перегонка, фракційна або перегонка у вакуумі;
- температуру кипіння при перегонці;
- кількість розчинника при екстракції;
- кількість силікагелю і елюенту, які використовували для хроматографії;
- елюент для колонкової хроматографії та тонкошарової хроматографії;
- $R_f$  продуктів і вихідних речовин;
- час реакції;
- час витримування з осушувачем і багато іншого, що може бути важливо при повторному проведенні хімічного експерименту.

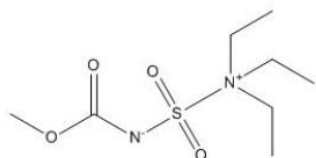
## **4) Результати аналізів, вихід і чистота**

Необхідно вказувати результати елементного аналізу, вимірювання температури плавлення та температури кипіння; визначення чистоти продукту (ЯМР, хроматографія: ВЕРХ, ГРХ і т. ін.); вихід продукту.

**Приклад 1.** URL: <https://ua.bloomtechz.com/synthetic-chemical/burgess-reagent-synthesis-cas-29684-56-8.html>



## ACHIEVE CHEM-TECH CHEMICALS CAS 29684-56-8



### burgess reagent synthesis

Chemical Formula:  $C_8H_{18}N_2O_4S$

Exact Mass: 238

Molecular Weight: 238

m/z: 238 (100.0%), 239 (8.7%), 240 (4.5%)

Elemental Analysis: C, 40.32; H, 7.61; N, 11.76; O, 26.85; S, 13.45

## Берджесс Реагент Синтез CAS 29684-56-8

Код продукту: BM-1-2-102

Англійська назва: Burgess Reagent

Номер CAS: 29684-56-8

Молекулярна формула:  $C_8H_{18}N_2O_4S$

Молекулярна маса: 238,3

Номер EINECS: 629-648-8

Код HS: 29299090

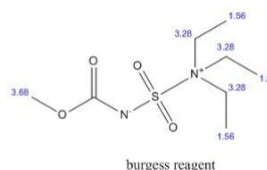
Analysis items: HPLC>99.0%, PX-MC

Основний ринок: США, Австралія, Бразилія, Японія, Німеччина, Індонезія, Великобританія, Нова Зеландія, Канада тощо.

Виробник: BLOOM TECH Changzhou Factory

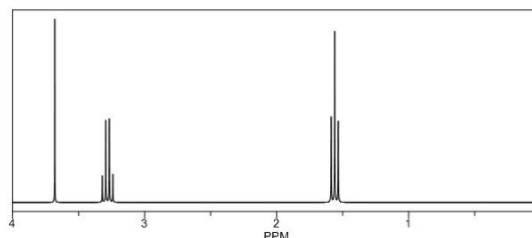
Технологічна служба: відділ досліджень і розробок.-4

### ChemNMR $^1H$ Estimation



burgess reagent

Estimation quality is indicated by color: good, medium, rough



### Синтетична хімічна речовина

Органічний проміжний продукт

Косметичний

Добавка

Пептид

API (лише дослідження)

Органічні матеріали

Стероїд

Хімічний реагент

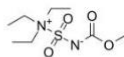
Основні хімічні речовини

Нові матеріали OLED

### Certificate of Analysis

#### Compound Information

Product Name:	Burgess reagent
Cat. No.:	1028629
CAS No.:	29684-56-8
Molecular Formula:	$C_8H_{18}N_2O_4S$
Molecular Weight:	238.30
Chemical Structure:	



#### Batch Information

Batch No.:	LI0228124258
Storage:	-20°C, stored under nitrogen
Mfg. Date:	2022-03-01
Retest Date:	2025-02-28
Origin:	Shanghai, China

#### QC Summary

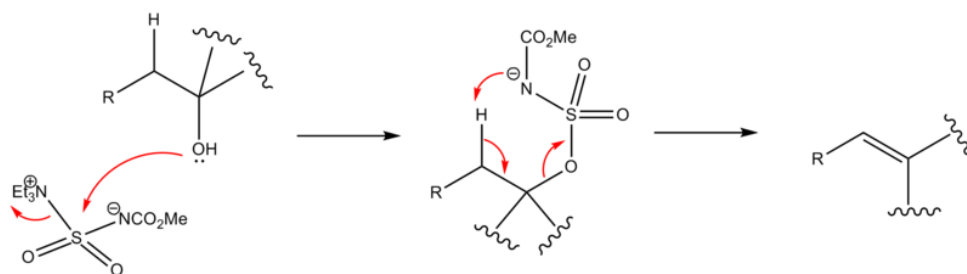
Appearance:	White to off-white (Solid)
$^1H$ NMR Spectrum:	Consistent with structure
Purity (NMR):	≥98.0%
Water(KF):	0.06%
Conclusion:	The product has been tested and complies with the given specifications.

**Приклад 2.** URL: [https://en.wikipedia.org/wiki/Burgess\\_reagent](https://en.wikipedia.org/wiki/Burgess_reagent)

From Wikipedia, the free encyclopedia

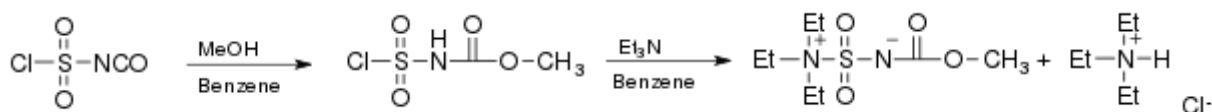
The Burgess reagent (methyl *N*-(triethylammoniumsulfonyl)carbamate) is a mild and selective dehydrating reagent often used in organic chemistry. It was developed in the laboratory of Edward M. Burgess at Georgia Tech.

The Burgess reagent is used to convert secondary and tertiary alcohols with an adjacent proton into alkenes. Dehydration of primary alcohols does not work well. The reagent is soluble in common organic solvents and alcohol dehydration takes place with syn elimination through an intramolecular elimination reaction. The Burgess reagent is a carbamate and an inner salt. A general mechanism is shown below.



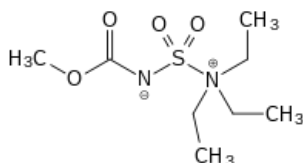
### Preparation

The reagent is prepared from chlorosulfonylisocyanate by reaction with methanol and triethylamine in benzene:



### IUPAC name

1-Methoxy-*N*-triethylammoniosulfonyl-methanimidate



## 3. Пошук інформації з хімії.

### Підручники, журнали, інтернет.

Портали *Chemie.DE* ([www.chemie.de](http://www.chemie.de)), *Rolf Claessen's Chemistry Index* ([www.claessen.wet/chemistry](http://www.claessen.wet/chemistry)), містять велику кількість посилань на сайти наукових установ, фірм, журналів, професійних товариств і фондів, хімічні бази даних, комп'ютерні програми для хіміків тощо.

Корисним ресурсом є *Organic Chemistry Portal* ([www.organic-chemistry.org](http://www.organic-chemistry.org)).

### Пошук літератури в інтернеті.

Ресурси – *Science Direct* ([www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)) і портал журналів Американського хімічного товариства ([www.pubs.acs.org](http://www.pubs.acs.org)).

Багато профільних журналів доступні на сайтах інших найбільших видавців – *Springer* ([www.springer.com](http://www.springer.com)), *Wiley Interscience* ([www.interscience.wiley.com](http://www.interscience.wiley.com)), *Oxford University Press* ([www.oup.co.uk](http://www.oup.co.uk)) та ін.

Профільне українське видання, що має повнотекстову онлайн версію – Український хімічний журнал (*Ukrainian Chemistry Journal*) (<https://ucj.org.ua/index.php/journal>); Науково-технічний журнал “Хімія та хімічні технології” (<https://science.lpnu.ua/uk/jcct>); Хімія, фізика та технологія поверхні (<https://www.cpts.com.ua/index.php/cpts/index>); Вісник Одеського національного університету. Хімія (<http://heraldchem.onu.edu.ua/issue/archive>); Актуальні питання фармацевтичної і медичної науки та практики (<http://pharmed.zsmu.edu.ua/index>).

Однією з провідних і найкращих спеціалізованих систем пошуку наукової бібліографічної інформації є *Scirus* ([www.scirus.com](http://www.scirus.com)), що належить видавництву *Elsevier, Tetrahedon, Bioorganic and Medicinal Chemistry*, системи *MedLine* та *BioMedNet, Scopus* ([www.scopus.com](http://www.scopus.com)), *Google Scholar* ([www.scholar.google.com](http://www.scholar.google.com)) – пошуковий ресурс, близький за можливостями до *Scirus*.

Велику кількість видань розміщено на порталі *BioMed Central* ([www.biomedcentral.com](http://www.biomedcentral.com)), *Chemistry Central* ([www.chemistrycentral.com](http://www.chemistrycentral.com)).

#### **Патенти в інтернеті.**

*PCT* (міжнародна система *Patent Cooperation Treaty*) ([www.wipo.int/pctdb/en](http://www.wipo.int/pctdb/en)), *Derwent* ([www.derwent.com](http://www.derwent.com)), *Searching for patents* (<https://www.epo.org/en/searching-for-patents>).

#### **Оптимізація пошуку.**

Необхідно максимально коректно задавати умови пошуку для мінімізації кількості отриманих посилань (часто їх сотні тисяч і мільйони). Одним із найпростіших методів є пошук фрази (як правило, її необхідно взяти в лапки, замість набору ключових слів).

У найпростішому випадку включення чи виключення специфічного терміну із запиту досягається додаванням префікса + чи – перед терміном.

Наприклад, запит *drugs + anti-inflammatory-aspirin* запустить пошук протизапальних препаратів, що відмінні від аспірину.

#### **Пошук хімічних структур у базах даних.**

Більшість баз даних хімічного характеру (властивості молекул, методи синтезу, відповідна література й патенти тощо) є комерційними. Найвідоміші з них – *Beilstein, SciFinder, STN*. Безоплатний плагін *ChemDrawNet* (<https://revvitysignals.com/products/research/chemdraw>), *CheBI* (*Chemical Entities of Biological Interest*) ([www.ebi.ac.uk/chebi](http://www.ebi.ac.uk/chebi)) – база вільного доступу, *ChemSpider* ([www.chemspider.com](http://www.chemspider.com)).

База *eMolecules* ([www.emolecules.com](http://www.emolecules.com)) дозволяє знайти фізико-хімічні дані молекул за структурою, а також інформацію про виробників цих сполук.

#### **Пошук виробників реагентів.**

Сайти *ChemExper* ([www.chemexper.com](http://www.chemexper.com)), *Chem.com* ([www.chem.com](http://www.chem.com)), *Chemolink* ([www.chemolink.com](http://www.chemolink.com)) *ChemIndustry* ([www.chemindustry.com](http://www.chemindustry.com))

#### **Програмне забезпечення.**

Потужні багатофункціональні хімічні редактори *ChemDraw* (*Cambridge Soft*) та *ChemWindow* (*Softshell*) є комерційними.

Програма векторної хімічної графіки *ISIS/Draw*, комерційний пакет *ISIS/Base*, безплатна програма *Autonom* (назви хімічним структурам згідно з номенклатурою IUPAC; хімічний редактор *ChemSketch* (ACD Labs, [www.acdlabs.com](http://www.acdlabs.com)), *ChemSketch*, *ChemSpider*, *eMolecules* та *PubChem*, програма для обчислення logP та ін.

Загальновідомі програми для роботи з базами хімічних структур є *ISIS/Base* (MDL) та *Chemfinder* (CambridgeSoft).

### Структура лабораторного журналу

Протокол № (або Робота №)

Дата (13.02.2024)

Синтез (детальне описання процесу) по стадіям.

Літературні джерела (бібліографічне описання).

1) Вихідні дані

Назва і структурна формула речовини	Мм	Константи за літературними даними	Концентрація	Кількість речовини		Надлишок
				розрахункові (моль, мл, г)	у методиці (моль, мл, г)	
1	2	3	4	5	6	7

2) Хімізм процесу:

Побічні продукти:

3) Схема приладу та список посуду, що необхідний

4) План роботи

5) Виконання роботи

6) Звіт

Назва, формула (структурна та емпірична), Мм, вихідні речовини)	Константи		Вихід		
	встановлені в роботі	за літературними даними	г	мл	% від теоретичного
1	2	3	4	5	6

Робота закінчена

Витрачено робочих днів, годин

Препарат здано


Підпис викладача

## Лекція 2

# ХІМІЧНИЙ СКЛЯНИЙ ТА ФАРФОРОВИЙ ПОСУД: ОСОБЛИВОСТІ РОБОТИ З НИМ. МЕТАЛІЧНІ І НАГРІВАЛЬНІ ПРИЛАДИ ДЛЯ ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ

### План

1. Скляний посуд.
2. Фарфоровий посуд.
3. Мірний посуд.
4. Правила роботи з хімічним посудом.
5. Миття і сушка посуду.
6. Хімічні реактиви.
7. Металічні і нагрівальні прилади для хімічного експерименту.

 **Основні поняття:** проста пробірка, калібрувальна пробірка, хімічний стакан, круглодонні колби, плоскодонні колби, холодильники, дефлегматори, ділильні лійки, краплинні лійки, хімічна лійка, скляний пористий фільтр Шотта, алонжі, перехідники, насадки, крапельниці, скляний бюкс, годинникове скло, кристалізатор, ексикатори, апарат Кіппа; мірний циліндр, мензурка, градуйована піпетка, піпетка Мора, бюретка, мірна колба; фарфорові стакани, фарфорові ложки (шпателі), випарювальні фарфорові чашки, фарфорові воронки (воронка Бюхнера), ступка з товчачиком, фарфоровий тигель, фарфоровий човник для прокалювання, фарфоровий трикутник, фарфорова сітка для ексикаторів, лабораторний металічний штатив, тримач для пробірок, пінцет, тигельні щипці, хірургічні щипці, затискачі Мора і Гофмана, тринога; спиртівка, газові пальники Теклю і Бунзена, водяна і піщана баня, колбонагрівач, муфельна і тигельна печі, сушильна шафа.



### 1. Скляний посуд

Усі лабораторні роботи хіміки проводять, в основному, в скляному або фарфоровому посуді.

Посуд із кварцу використовують при проведенні спеціальних лабораторних робіт із високими температурами.

Посуд і обладнання зі скла широко використовуються в лабораторній практиці завдяки їх властивостям, найважливіші з них – корозійна, хімічна і термічна стійкість. Усе це дозволяє використовувати скляний посуд і обладнання при роботі з агресивними речовинами, при упарюванні, концентруванні водних розчинів, для одержання особливо чистих речовин без запаху і домішок металу.

У скляному посуді **не можна** нагрівати концентровані розчини лугів, працювати із HF і розплавленим лугом.

Прозорість скла дозволяє спостерігати перебіг хімічних реакцій.

За хімічними і фізико-хімічними властивостями скло дуже різноманітне.



Залежно від вимог до чистоти продукту, що одержали, вибирають відповідне за складом скло.

Зі скла виготовляють хімічні стакани, колби, холодильники, дефлегматори, лійки тощо.

**Хімічні стакани** бувають товсто- і тонкостінні, з носиком і без нього (рис. 1). Використовують їх в основному як допоміжний посуд.



**Рисунок 1** – Хімічний термостійкий стакан

У хімічних стаканах можна проводити тільки реакції у водних розчинах при температурі не вище 100 °С. Не можна проводити у хімічних стаканах реакції з леткими органічними речовинами.

Товстостінні хімічні стакани не можна нагрівати і здійснювати в них процеси, які супроводжуються розігрівом рідин.

Слід зазначити, що рідини в хімічних стаканах не можна нагрівати на відкритому полум'ї газового пальника або на відкритій спіралі електричної плитки, тільки на металевій сітці або на водяній бані.

**Колби** бувають круглодонні, плоскодонні колби різної місткості та форми (рис. 2, 3).

**Круглодонні колби** бувають одно-, дво- і трьохгорлі різної місткості, колба Вюрца (рис. 2).



**Рисунок 2** – Круглодонні колби: а – круглодонна одностороння без шліфа;

б – круглодонна двогорла; в – круглодонна трьохгорла; г – круглодонна колба для вакуум-перегонки (колба Вюрца)

Круглодонні колби виготовлені з жаростійкого скла, стійкі до поштовхів, які виникають при кипінні реакційної суміші, а також при вакуумі, завдяки чому їх використовують для проведення синтезу при підвищених температурах і у вакуумі, для перегонки при атмосферному тиску, під вакуумом і з водяною парою.

Дво-, трьох- і чотирьохгорлі колби (див. рис. 2 б, 2 в) використовують для перегонки рідин або синтезу в тих випадках, коли роботу необхідно проводити з термометром, холодильником, механічною мішалкою або з краплинною

лійкою, через що в реакційну масу повільно вводять один із компонентів реакції. У кожен горловину встановлюють термометр, ділильну лійку, холодильник або інший відповідний посуд.

Для перегонки різноманітних рідин застосовують перегонку колбу Вюрца, яку використовують для перегонки рідин при атмосферному тиску (див. рис. 2 г), а також як приймач при відгоні летких розчинників і при перегонці у вакуумі (рис. 3). Колби Вюрца мають довгу горловину, в якій є паровідвідна трубочка, до якої приєднують холодильник.

Для перегонки низькокиплячих рідин використовують колби з високоприпаяними бічними трубками, висококиплячих рідин – колби з низькоприпаяними бічними трубками.

У колбі, крім відвідної трубки, є горловина для капіляра, по якому з атмосфери в колбу надходять бульбашки повітря, чим забезпечується рівномірне кипіння рідини під час перегонки.

**Плоскодонні колби** бувають сферичні, конічні, а також мірні колби (рис. 3).



**Рисунок 3** – Плоскодонні колби: а – сферичні колби зі шліфом;  
б – конічна колба (колба Ерленмейера); в – колба Бунзена;  
г – мірна колба на 1000 мл

Плоскодонні широко- й вузькогорлі колби застосовують в основному для зберігання хімічних речовин, а також як приймачі у процесі перегонки при атмосферному тиску та з водяною парою. Ці колби не можна використовувати для проведення реакцій при підвищених температурах, а також при проведенні роботи під вакуумом.

Конічні колби (колби Ерленмейера) (див. рис. 3 б) використовують як допоміжний посуд. Найчастіше їх застосовують для кристалізації. Це пов'язано з тим, що конічні колби мають меншу поверхню випарювання, ніж хімічні стакани, і з них зручніше діставати кристали, ніж з круглодонних колб.

Конічні колби використовують також для приготування реактивів, для проведення простих операцій, як приймачі тощо.

Спеціальні конічні колби Бунзена (див. рис. 3 в) застосовують для фільтрування під вакуумом. Вони товстостінні і мають відросток для з'єднання з вакуум-насосом.

Розрізняють повітряні, кулькові, змійовикові, прямі (холодильник Лібіха) **холодильники (рис. 4).**

Будь-який холодильник складається з двох частин: холодильної трубки різної форми, в якій конденсується пара рідини, й оболонки (муфти), крізь яку пропускають охолоджувальну рідину, найчастіше водопровідну воду для охолодження і конденсації пари.

Оболонка має два відростки, до яких приєднуються гумові трубочки, одну використовують для приєднання до водопровідного крана, а іншу для відведення охолоджувальної води.

Форму і назву холодильників визначає призначення, за яким холодильники поділяються на прямі (низхідні) і зворотні.

Холодильники використовують для охолодження і конденсації пари різних рідин.



а



б



в



г



д



е

**Рисунок 4** – Холодильники і дефлегматори: а – повітряний холодильник; б – кульковий холодильник; в – змійовиковий холодильник; г – холодильник Лібіха; д – дефлегматор ялинковий; е – дефлегматор з насадкою

Холодильники, в яких сконденсована рідина після охолодження пари спрямовується в приймач, тобто не повертається в колбу-реактор, називаються **прямими або низхідними холодильниками.**

Холодильники, в яких пара конденсується, і сконденсована рідина знов повертається в реакційну суміш, називаються **зворотними холодильниками**, що використовуються для тривалого нагрівання легколетких рідин або при проведенні різних органічних синтезів.

Для охолодження пари рідини використовують повітря (повітряний холодильник) або воду (водяний холодильник).

Найпростіший повітряний холодильник – довга скляна трубка з тонкостінного скла, один кінець якої трохи розширений (див. рис. 4 а). У якості повітряного холодильника часто використовують внутрішню трубку холодильника Лібіха.

**Повітряний холодильник** використовують для конденсації висококиплячих рідин ( $T_{\text{кип}} > 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Для конденсації пари таких рідин можуть застосовуватися і водяні холодильники, в яких вода не циркулює. Якщо вода циркулюватиме, через велику різницю температури пари висококиплячих рідини і охолоджувальної води може лопнути внутрішня трубочка.

**Холодильник Лібіха** може використовуватися і як прямий, так і як зворотній (див. рис. 4 г). Його застосовують як низхідний для перегонки рідин з  $T_{\text{кип}} < 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Для інтенсифікації охолодження пари рідини і прискорення її конденсації використовують **кулькові** або **змійовикові холодильники** (див. рис. 4 б, 4 в), які мають більшу поверхню контакту пари рідини з охолоджувальною водою. Кулькові холодильники використовують як зворотні, змійовикові – тільки як прямі для низькокиплячих рідин. При їх використанні, як зворотних, сконденсована рідина погано стікає по змійовику, що призводить до зменшення його робочого діаметра і може спричинити викид конденсату з холодильника.

**Кулькові холодильники** встановлюють тільки у **вертикальному положенні**, щоб уникнути заповнення кульок конденсатом, який буде заважати правильному відбору фракції.

Слід пам'ятати, що в прямому холодильнику, охолоджувальна вода подається назустріч руху рідини, що забезпечує повну її конденсацію.

Якщо холодильник використовують як зворотній, його встановлюють у вертикальному положенні, в нижній відросток подають воду, а через верхній її зливають у раковину.

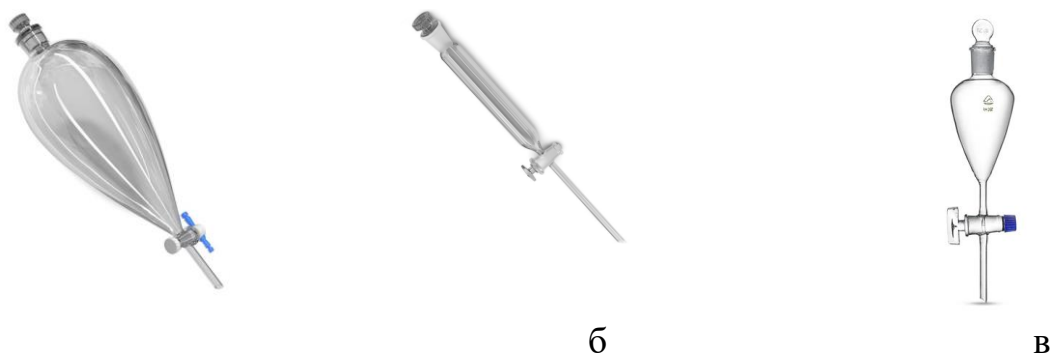
При виконанні різних синтезів студенти зможуть детальніше ознайомитися з роботою холодильників.

Розрізняють **кулькові, ялинкові, циліндричні з насадкою дефлегматори** (див. рис. 4 д, 4 е).

Насадкою служать кільця Рашіга або скляні буси різної форми. У разі переміщення пари вгору по дефлегматору, вона збагачується паром більш легкої рідини. Нижнім кінцем дефлегматор встановлюється до корку, укріплений у шийці колби, а у його верхній отвір – встановлюють термометр. Відповідна трубка дефлегматора з'єднується з холодильником.

Дефлегматори використовують для фракційного розділення суміші різних речовин.

Розрізняють **лійки грушоподібної форми** або **циліндричної**, різного об'єму, найчастіше з притертою скляною пробкою (рис. 5).



**Рисунок 5** – Лійки: а – ділильна грушоподібна; б – краплинна циліндрична; в – краплинна грушоподібна

**Ділильні лійки** застосовують для розділення двох рідин, які не змішуються (наприклад, вода і бензол).

**Краплинні лійки** використовують для поступового додавання невеликими порціями або краплями одного з компонентів реакційної суміші; виготовлені з тонкого скла, мають довшу трубку, вивідний кінець якої має менший діаметр. Зверху краплинні лійки закриваються скляними пробками. Перед роботою шліф скляного крана змащують вазеліном і перевіряють водою на герметичність кранового вузла. Краплинні лійки встановлюють у горловині колби на шліфі або за допомогою натурального чи гумового корка.

**Алонжі** бувають зігнуті звичайні, зігнуті з одним відводом, зігнуті з декількома відводами («павук») (**рис. 6**).



**Рисунок 6** – Алонжі: а – зігнутий звичайний; б – зігнутий з одним відводом; в – зігнутий з декількома відводами («павук»)

Алонжі використовують для відводу дистилату з холодильника в приймач під час перегонки рідини (**див. рис. 6 а, 6 б**). Алонж «павук» застосовують для відбору різних фракцій дистилату (**див. рис. 6 в**). Алонжі з'єднуються з холодильником за допомогою корка або на шліфах.

**Перехідники** використовують для з'єднання посуду з шліфами різних діаметрів (**рис. 7**).



а



б



в

**Рисунок 7** – Перехідники: а – з однією горловиною; б – із зігнутим відводом; в – з трьома відводами

Перехідник з двома або трьома відводами застосовують для обладнання приладу на основі одnogорлої колби, якщо її потрібно використати як дво- або трьохгорлу колбу (для встановлення одного термометра, холодильника або краплинної лійки).

**Насадки (рис. 8)** використовують для приладу під час перегонки. В одnogорлу колбу вставляють насадку, до бічної трубочки, до якої приєднують холодильник.



а



б

**Рисунок 8** – Насадки: а – з двома горловинами (насадка Кляйзена); б – з однією горловиною (насадка Вюрца)

**Хлоркальцієві трубки (рис. 9)** використовують для захисту реакційної суміші від впливу вологи повітря. Трубку заповнюють кальцій хлоридом у вигляді зерен і вставляють в горловину колби, в якій здійснюють хімічну реакцію.



**Рисунок 9** – Хлоркальцієва трубка

Окрім того, є й інші скляні посуд, як: пробірки, пробірки градуйовані біохімічні, годинникове скло, предметне скло, скляні палички, крапельниці, бюкси скляні, скляні фільтри Шотта, ексикатори, кристалізатори, дзвони, ковпаки, чашка Петрі, апарат Кіппа, віскозиметр та багато інших.

## 2. Фарфоровий посуд

Із фарфору виготовляють в основному стакани, лійки, ступки з товкачиком, випарювальні чашки, кружки з носиком, шпателі, вставки для ексикаторів (рис. 10). Цей посуд стійкий до дії кислот і лугів, його можна використовувати при температурі 1000...1200 °С.



а



б



в



г



д



е



ж



з



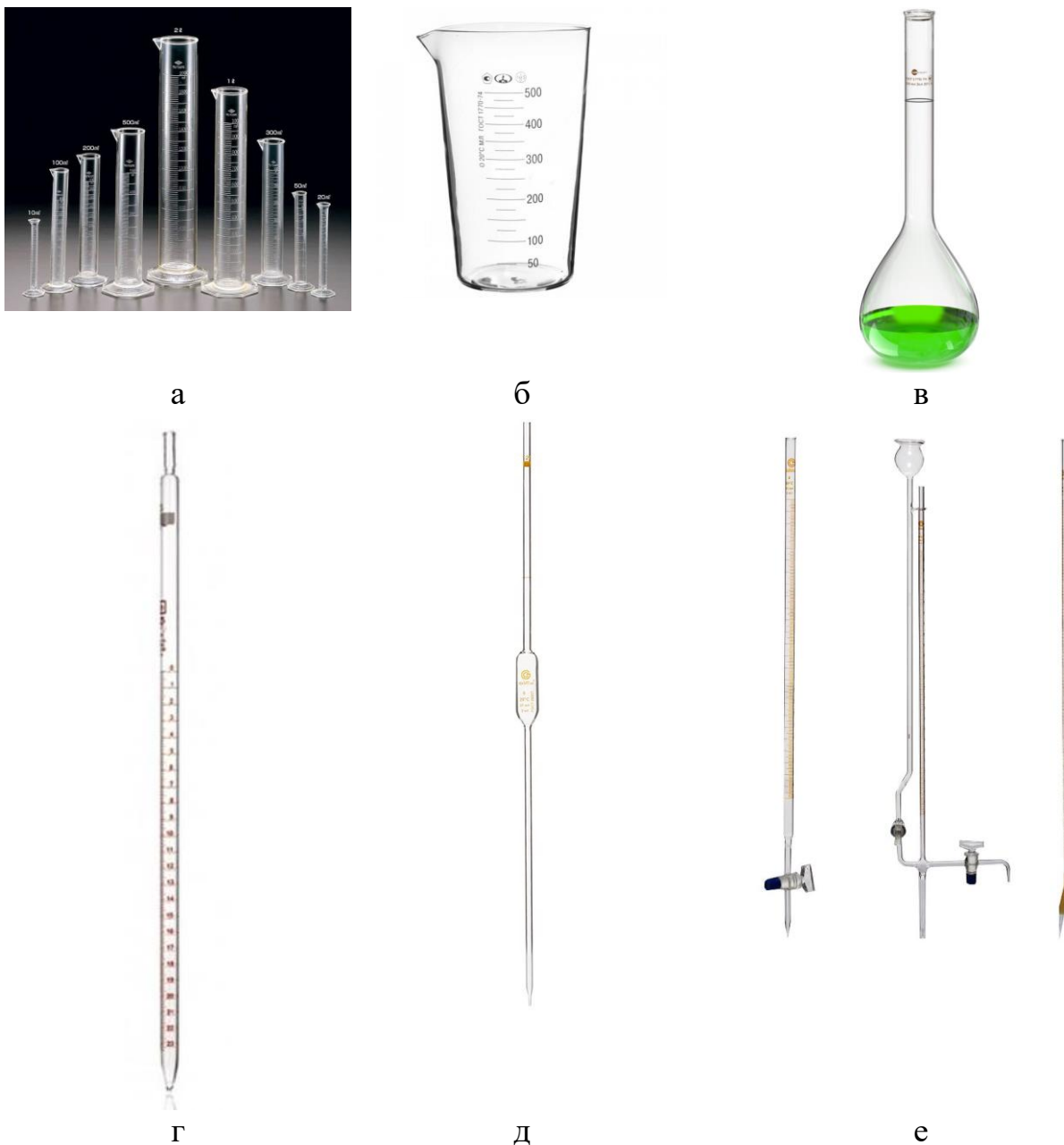
и

**Рисунок 10** – Фарфоровий посуд: а – хімічний стакан з носиком; б – тиглі; в – фарфорові ложки, шпателі; г – воронка Бюхнера; д – випарювальна чаша; е – ступка з товкачиком; ж – човник для прокалювання; з – трикутник для нагрівання; и – ексикатор з фарфоровою сіткою



### 3. Мірний посуд

Для вимірювання об'єму рідини і для приготування розчинів заданої концентрації використовують мірний посуд різного призначення: мірний циліндр, мірна піпетка, мірна колба (рис. 11). Мірний посуд відкалібрований при температурі 20 °С. Мірний посуд **не можна нагрівати**.



**Рисунок 11** – Мірний посуд: а – мірні циліндри, б – мензурка; бюретка з краном; в – мірна колба; г – піпетка градуйована; д – піпетка Мора; е – бюретка звичайна; бюретка з краном; бюретка з кулькою

Рівень рідини, який відміряють визначається за нижнім меніском на рівні очей. Для заповнення піпеток використовують **піпетатори** (груші).



**Мірний циліндр:** використовують для вимірювання відносно великих об'ємів рідини (від 5 мл до 2000 мл). Точність вимірювання при цьому не дуже велика.

**Бюретки (зі скляним краном 2 або з шариком 3):** дозволяють виливати строго необхідну кількість рідини з високою точністю (0,01-0,1 мл). Використовують для титрування.

**Піпетка градуйована:** використовують для відбору точного об'єму невеликої кількості рідини (від 0,1 мл до 20 мл).

**Мірна піпетка (піпетка Мора) з кільцевою міткою:** використовують для відбору певного об'єму рідини.

**Мірна колба з кільцевою міткою** – плоскодонна колба з довгими і вузьким горлом, на якому нанесена кільцева мітка, яка показує межу, до якої наливають рідину (наприклад, дистильовану воду). Використовують для приготування розчинів точної концентрації.

У лабораторній практиці використовують посуд, який виготовлений з полімерних матеріалів (поліетилен, поліпропілен, фторопласт та ін.). При високій хімічній стійкості такий посуд володіє низькою термостійкістю, і тому його використовують в роботах, які не потребують нагрівання.

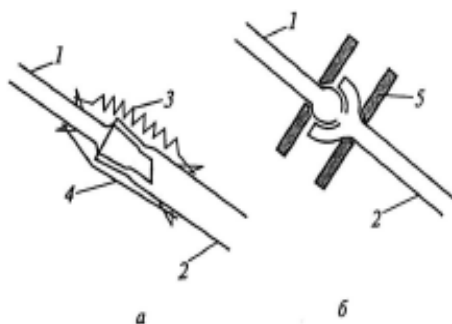
Із поліетилену виготовляють воронки для рідких і сипучих речовин, промивалки, крапельниці, флакони і банки для транспортування і збереження хімічних реактивів.

Для закріплення посуду під час роботи використовують залізні штативи з кільцями і лапками.

#### 4. Правила роботи з хімічним посудом

##### Робота з посудом на шліфах.

У лабораторній практиці використовують скляний посуд з конічними і шаровими з'єднаннями (**рис. 12**) – шліфованими або мелірованими.



**Рисунок 12** – Шліфовані з'єднання: а) конічний шліф; б) шаровий шліф;  
1 – керн; 2 – муфта; 3 – пружина; 4 – резинове кільце; 5 – затиск

Зовнішній шліф (2) називають **муфтою**; а внутрішній (1) – **керном**.

При проведенні лабораторних робіт звичайно використовують посуд зі стандартними конічними шліфованими з'єднаннями (**рис. 12 а**)  $d=14,5$  мм,  $d=19$  мм,  $d=29$  мм. Для фіксації конічних шліфів використовують пружини (3) або резинові кільця (4), які кріплять за припаяні до трубок «вусики». При зборці

приладів з такими шліфами необхідно проявляти особливу обережність, так як навіть найменше змінення кута може призвести до їх пошкодження.

Шарові шліфовані з'єднання (рис. 12 б) дозволяють змінювати кут між фіксуючими деталями без порушення герметичності, не бояться змінення кута, витримують великі навантаження і знаходять застосування в приладах під вакуумом. Для скріплення шарових з'єднань використовують спеціальний затиск.

При зборці більшості приладів, за виключенням вакуумних, шліфи не рекомендується змащувати, якщо в методиці не оговорюється спосіб змащення.

Попередньо шліфи повинні бути ретельно очищені від забруднень і старого мастила. Потрапляння твердих частинок в зазор шліфованого з'єднання зменшує його герметичність і це може призвести до руйнування.

Для приладів, які працюють під вакуумом, використовується спеціальна вакуумна насадка, на яку дерев'яною паличкою наносять двома-трьома тонкими мазками злегка на керн, який попередньо нагріли. Потім керн вставляють до муфти, повертають його навколо осі. Правильно змащений шліф повинен бути прозорим, а вакуумне мастило – не виступати із зазору.

**Змащування кранів крапельних воронок.** Крани крапельних воронок звичайно змащують вакуумною змазкою. Можливо використання й інших видів мастила. При роботі з бромом для мастила крана використовують концентровану фосфорну кислоту, або фосфор (V) оксид. Після змащування необхідно обов'язково слідкувати, щоб отвір крана не містив мастило.

**Очищення від вакуумного мастила.** По закінченню роботи прилад розбирають, роз'єднують шліфи і очищають мастило ватним тампоном, змоченим карбон (IV) тетрахлоридом (у витяжній шафі в рукавицях!).

Гарячі шліфовані з'єднання розбирають, не чекають повного охолодження, так як при охолодженні мастило сильно загусає і схоплюється. Оскільки мастило з часом полімеризується і загусає, не рекомендується зберігати в змащеному стані шліфовані з'єднання і крани, інакше їх неможливо буде розібрати або повернути. При збереженні в зібраному стані без мастила для попередження заклинювання між шліфами поміщають смужки тонкого паперу.

## 5. Миття і сушка посуду

Хімічний посуд після завершення дослідів ретельно миють, сушать і прибирають на місце.

Спочатку посуд промивають водопровідною водою. Якщо забруднення не змиваються, тоді забруднені місця посипають кальцинованою содою і труть йоржиком. Сода використовується для видалення слідів жирів, масел і для покращення змащування скла.

Для відмивання від забруднень речовинами Мангану використовують кристалічну щавлеву кислоту.

**Не рекомендується** застосовувати абразивні матеріали, так як вони дряпають і руйнують скло.

Для очистки посуду від продуктів термічного розкладу органічних речовин, видалення слідів жирів і покращення змащування скла можна використовувати **хромову суміш**: 10 г калій біхромату розтирають у порошок, змащують 3-5 мл води і при перемішуванні додають 100 мл 96%-ої сульфатної кислоти. Після цього розчин залишають на деякий час і тільки потім переливають у товстостінну склянку з притертою пробкою або у фарфорову кружку.

Після промивання посуду, хромову суміш зливають назад в склянку, **але не в раковину!**

Гарним засобом для миття посуду служить також **спиртовий розчин лугу**.

Після промивання з використанням хімічних реагентів посуд ретельно миють водопровідною водою і ополіскують 2-3 рази невеликими порціями дистильованою водою.

Чистий посуд сушать у сушильній шафі або на повітрі у перевернутому вигляді на дерев'яній або пластмасовій сушарці.

Мірний посуд сушать **тільки на повітрі** без нагріву.

## **6. Хімічні реактиви**

У лабораторії використовуються тверді та рідкі реактиви.

Хімічні реактиви випускають і зберігають у скляних або пластмасових банках з щільно закритими кришками.

На кожному банку клеять етикетку з назвою речовини, його хімічною формулою та інформацією з датою випуску, строку збереження, клас чистоти реактиву. На етикетці вказується також вміст основної речовини і основних домішок.

За ступенем чистоти, тобто за вмістом основної речовини і допустимих домішок, реактиви мають відповідну класифікацію, представлену у **табл. 1**.

Три перші марки охоплюють всі реактиви загального призначення.

Препарати більш високої чистоти застосовують лише для спеціальних робіт, де іноді навіть мільйонні частки відсотка домішок є недопустимими. Ними користуються в промисловості напівпровідникових матеріалів, радіоелектроніці, квантовій електроніці.

При проведенні більшості дослідів і синтезів використовують реактиви «ч.» і «ч.д.а.». Для технічних цілей, наприклад, приготування охолоджуючих сумішей або для миття посуду, рекомендується брати більш дешеві реагенти.

При роботі з хімічними реактивами слід дотримуватися **правил**:

1. Тверді хімічні реактиви необхідно відбирати з банок спеціальними шпателями (фарфоровими, металічними, скляними, пластмасовими), фарфоровими ложечками або пінцетом.

**Таблиця 1** – Класифікація реактивів за ступенем чистоти

Марка реактиву	Позначення	Вміст домішок, у %	Сфера використання
1	2	3	4
Чистий	«ч.»	0,1	Лабораторні роботи навчального і виробничого характеру
Чистий для аналізу	«ч.д.а.»	0,1-0,01	Науково-дослідницькі і аналітичні роботи
Хімічно чистий	«х.ч.»	$0,05 \cdot 10^{-5} - 10^{-6}$	Науково-дослідницькі роботи
Спектрально чистий	«с.ч.»	$5 \cdot 10^{-5}$	Спеціальні роботи
Особливої чистоти	«ос.ч.»	$10^{-4} - 10^{-9}$	
Вищої чистоти	«в.ч.»	$10^{-7}$	

2. Роботу з твердими лугами (подрібнення, заповнення осушувальних колонок) проводити тільки в захисних окулярах і рукавицях. Луг брати шпателем або пінцетом. Таких запобіжних заходів дотримуються і при роботі з фосфорним ангідридом.

3. Для подрібнення і змішування хімічних реактивів використовують ступки. Спільне перетирання речовин дозволяє отримувати достатньо подрібнені суміші реагентів. Забороняється спільно перетирати окислювачі і відновники для уникнення вибуху.

4. Для завантаження твердих речовин в реакційні колби використовують спеціальні воронки з широким горлом (**рис. 13**).

**Рисунок 13** – Завантаження сипучих речовин у колбу

5. Рідини переливають крізь хімічні скляні лійки. Склянку, з якої наливають рідину, тримають етикеткою до руки, щоб уникнути її забруднення і псування.

6. Всі склянки з розчинами і сухими речовинами тримати необхідно закритими, відкривати їх тільки під час використання.

7. Не плутати пробки зі склянок, а також піпетки, для взяття реактивів.

8. Кришки і пробки від банок з реактивами кладуть на стіл в перегорнутому вигляді.

9. Реактиви, що невитрачені, ні в якому випадку не висипають (не виливають) назад в банки, їх треба здавати лаборанту.

10. Сухі реактиви і пролиті реактиви відразу прибирають, а стол вимивають і протирають.

11. При проведенні якісних дослідів суху речовину беруть у кількості, яке закриває дно пробірки, а розчин приблизно 1-2 мл (**рис. 14**).



**Рисунок 14** – Рекомендована кількість реагентів для проведення якісних дослідів: а) тверда речовина; б) розчин

## 2.7 Металічні і нагрівальні прилади для хімічного експерименту

У хімічній лабораторії застосовують наступні **металічні прилади**, що наведені нижче.

**Лабораторний металічний штатив (рис. 15 а)** використовують для закріплення посуду під час роботи за рахунок «лапок» і кілець.

**Тримач для пробірок (рис. 15 б)** використовують для утримання пробірок під час нагрівання.



а



б

**Рисунок 15** – Металічні прилади: а– металічний лабораторний штатив; б – пробіротримач

**Пінцет, тигельні щипці (рис. 16 а, рис. 16 б відповідно)** використовують для взяття наважок терезів, для утримання тиглю або випарювальної чашки відповідно.



а



б

**Рисунок 16** – Пінцет (а), тигельні щипці (б), хірургічні щипці (в)

**Пружинний затискач Мора** використовують зазвичай для регулювання швидкості витікання рідини у безкранових бюретках на гумовій трубці (рис. 17 а).

**Гвинтовий затискач Гофмана** використовують для поділу зконденсованої рідини в процесах дистиляції та ректифікації (рис. 17 б).



а



б

**Рисунок 17** – Затискачі Мора (а) і Гофмана (б)

Триногу (рис. 18) використовують для утримання випарювальної чашки під час нагрівання.



**Рисунок 18** – Тринога

У хімічній лабораторії застосовують такі **нагрівальні прилади**.

**Спиртівка** використовується для нагрівання пробірок (рис. 19 а). Вони дають не дуже гаряче полум'я.

**Пальники (газові) Теклю і Бунзена** (рис. 19 б, рис. 19 в) використовують при проведенні дослідів і синтезів у хімічній лабораторії.



а



б



в

**Рисунок 19** – Нагрівальні прилади: а – спиртівка; б – газовий пальник Теклю; в – газовий пальник Бунзена

**Колбонагрівач** (рис. 20 а) використовують для нагрівання легкозаймистих і вогненебезпечних рідин в круглдонних колбах.

**Водяні і піщані бані** (рис. 20 б, рис. 20 в відповідно) використовують для нагрівання реакційних колб до 300 °С і для упарювання розчинів.



а



б



в

**Рисунок 20** – Колбонагрівач (а); водяна баня (б); піщана баня (в)

**Муфельну піч** (рис. 21 а) використовують для прокалювання великої кількості речовини; **тигельну піч** (рис. 21 б) використовують для прокалювання невеликої кількості речовини в тиглях.



а



б



в

**Рисунок 21** – Муфельна піч (а); тигельна піч (б); сушильна шафа (в)


**Сушильну шафу** (рис. 21 в) використовують для сушіння скляного посуду, окрім мірного посуду.

### Лекція 3

## ТЕХНІКА ЗВАЖУВАННЯ НА ТЕХНОХІМІЧНИХ, ТОРСІЙНИХ, АНАЛІТИЧНИХ, ЕЛЕКТРОННИХ ТЕРЕЗАХ

### План

1. Класифікація терезів.
2. Правила зважування на технохімічних терезах.
3. Правила зважування на торсійних терезах.
4. Правила зважування на аналітичних терезах.
5. Правила зважування на електронних терезах.

 **Основні поняття:** технохімічні терези, аретир, гирьки, важки, торсійні терези, аналітичні терези, електронні терези.



### 1. Класифікація терезів

Терези використовуються 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 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).

При виконанні лабораторних робіт застосовуються терези з точністю зважування 0,1-0,01 г. Така точність достатня для проведення більшості дослідів.

Зазвичай в хімічних лабораторіях застосовують технохімічні (рис. 22), торсійні (рис. 23), аналітичні (рис. 24) і електронні терези (рис. 25).

**Технохімічні терези** дозволяють визначати масу з похибкою до 0,1-0,01 г. Їх використовують для зважування вихідних речовин і продуктів, що отримали в результаті синтезу. Технохімічні терези застосовують для вимірювання відносно великих мас (від 100 г до 1-2 кг) з точністю від 0,05 до 0,5 г.

**Торсійні терези** дозволяють визначати масу з похибкою до 0,01 г. Їх використовують для зважування вихідних речовин. Торсійні терези відносяться до типу циферблатних і призначені для зважування невеликих наважок (0,01-2000 мг).

**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) категорично **забороняється**.



**Електронні терези** дозволяють визначати масу з похибкою до 0,1-0,01 г; до 0,0001 г, а також до 0,00001 г. (рис. 25, 26). Їх використовують для зважування вихідних речовин і продуктів, що отримали в результаті синтезу. Електронні терези з мікропроцесорними і розрахунковими блоками володіють більшою, ніж механічні терези, стійкістю до коливань.



**Рисунок 22** – Технохімічні терези



**Рисунок 23** – Торсійні терези



**Рисунок 24** – Аналітичні терези  
ВЛР-200



**Рисунок 25** – Електронні терези

**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.



**Рисунок 26** – Різні моделі електронних портативних лабораторних терезів

**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 (рис. 27 а), для аналітичних терезів (рис. 27 б) поміщені в спеціальний футляр, який називають **важками**.



а



б

**Рисунок 27** – Набір гирьок для технохімічних терезів (а);  
набір гирьок для аналітичних терезів (б)

Для зважування на технохімічних терезах застосовують точні важки. Міліграмові (мг) гирьки нікельовані, є пластинками із алюмінію або нікелю. Кожна міліграмова гирька має зігнутий кінець, за який беруть гирьку пінцетом, коли кладуть на терези.

Гирьки важків **не можна брати руками**, їх можна брати тільки пінцетом. Точні важки не можна залишати відкритими, коли ними не користуються. По закінченню зважування кожен гирьку кладуть в те місце, де її взяли. Маса предмету підраховують шляхом складання маси всіх важків.

**Наприклад**, на терезах стояли наступні важки: 20 г, 5 г, 1 г, 500 мг, 200 мг, і 20 мг, тоді маса предмету, дорівнює 26 г 720 мг або 26,72 г.

Якщо на терезах стояли важки 10 г, 2 г, 20 мг, 10 мг, то маса предмету дорівнює 12 г 30 мг або 12,03 г.

Записувати масу прийнято в г, позначаючи міліграмові важки у вигляді десятих і сотих часток г.

Для зважування на аналітичних терезах є спеціальні аналітичні важки (див. рис. 27 б). Це набір дуже точних грамових гирь, які знаходяться в коробці з кришкою. 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 мг до 900 мг, при обертанні внутрішнього диску наважують важки від 10 мг до 90 мг.

## 2. Правила зважування на технохімічних терезах

Перед тим, як починати зважування, необхідно перевірити правильність роботи терезів.

1. Звільняють аретир і спостерігають за положенням стрілки терезів. Якщо терези працюють правильно, тоді стрілка, буде стояти на нулі шкали або буде відхилятися на однакову кількість ділень по обидві сторони від нуля. У випадку необхідності проводять регулювання за допомогою установчих ніжок-гвинтів.

Необхідно також розглянути, чи не навантажені чашки терезів, чи чисті призми. Якщо є забруднення на чашках, їх необхідно видалити.

Якщо і після цього стрілка все ж таки не стає на нуль, тоді необхідно домогтися рівноваги за допомогою гайок, які укріплені на кінцях правого і лівого плеча коромисла, для балансування. Якщо якась чашка терезів, виявляється важче іншої, гайку на цьому коромислі необхідно повертати поступово так, для того, щоб вона пересувалася до середини коромисла до тих пір, доки вона при опущеному аретирі не стане на нуль.

Тільки переконавшись, що терези виправлені, можна приступати до зважування. При цьому необхідно дотримуватися правил зважування. Недотримання цих правил призведе до псування терезів.

2. Матеріал, який зважують насипають на годинникове скло, або в скляний хімічний стаканчик або бюкс. Будь-яка тара повинна бути попередньо врівноважена або зважена.

3. Обережно звільняють аретир, слідкують за відхиленням стрілки терезів. Кожен раз, перед тим як покласти нову гирьку або додати недостатній матеріал, терези аретирують.

4. Підбирають важки або навпаки необхідну кількість речовини до тих пір, доки терези не стануть на рівновазі, тобто стрілка не буде на нулі шкали. Підраховують отримане значення маси за пустими місцями у наборі, записують і знову ж таки перевіряють при укладанні важків до футляра.

### **3. Правила зважування на торсійних терезах**

Зважування на торсійних терезах відбувається швидко і достатньо точно. У цих терезів є аретир. Чашка терезів знаходиться в так званій «скляній шафці».

1. Терези встановлюють за рівнем.

2. Відкривають аретир і встановлюють стрілку (покажчик маси на нуль).

3. Перевіряють покажчик рівноваги з ризкою рівноваги.

4. Закривають аретир, відкривають дверцята «скляної шафи» і насипають на чашку кристалічну речовину, яку зважують. Після цього закривають дверцята, відкривають аретир і повертають покажчик маси до тих пір, доки покажчик рівноваги не суміститься з ризкою рівноваги.

5. Закривають аретир і записують, на яке ділення вказує стрілка. Це і буде маса кристалічної речовини.

### **4. Правила зважування на аналітичних терезах**

Аналітичні терези завжди знаходяться в скляному футлярі, з бічними скляними дверцятами, що відкриваються під час навантаження на чашки терезів.

Скляні бічні дверцята аналітичних терезів повинні бути обов'язково закриті під час зважування, і тоді, коли на аналітичних терезах не працюють.

1. Лаборант включає аналітичні терези в розетку через трансформатор.

2. Необхідно поставити справа від терезів важки, а зліва – ексикатор або предмет, який зважують.

3. Перевірити стан терезів: чи чисті чашки, чи не має залишків речовини (або сторонніх предметів) зсередини терезів. Якщо необхідно, прибрати речовину, або сторонні предмети, необхідно змахнути пил і забруднення спеціальною м'якою кистю.

4. Встановити нульову точку терезів: опустити аретир і через 40-50 с подивитися на екран вейтографа. Якщо при ненавантажених терезах нуль шкали точно співпадає з відліковою лінією на екрані, можна приступити

до зважування. При відсутності співпадіння невеликим обертанням головки коректора, який знаходиться вище рукоятки аретира, домогтися відлікової лінії нуля шкали. Однак подібну установку нульової точки можна проводити, якщо відлікова лінія відстоїть не більше на 1-2 ділення від нульової точки вправо або вліво.

Якщо відлікова лінія відходить від нульової точки на багато ділень, необхідно перевірити правильно чи встановлені терези за схилом, правильно підвішені чашки на призми, а потім, якщо необхідно, встановити нульову точку за допомогою гайок для балансування. **Студентам не рекомендується самостійно проводити ці операції!**

👉 **Налагоджувати аналітичні терези повинен викладач!**

👉 Викладач дозволяє студентам користуватися дуже обережно лише **коректором**.

👉 **Нульову точку** необхідно перевіряти перед кожним зважуванням.

5. Відкрити ліві дверцята терезів та необхідно поставити в центр лівої чашки предмет, який необхідно зважити, після чого дверцята закрити.

6. Відкрити праві дверцята та за допомогою пінцету з аналітичних важків взяти необхідну грамову гирьку і поставити її в центр чашки. Лівою рукою обережно повернути рукоятку аретира і помітити, куди починає відхилятися стрілка. При цьому **не можна повністю відкривати аретир**. Відкривають його лише настільки, щоб було ясно видно, яка із чашок переважає.

Гирьки ставлять на чашку терезів, починаючи з більш крупних. Якщо чашка з гирьками переважає, знімають поставлену гирьку і заміняють її наступною (з меншою масою). Якщо предмет важче гирі, додають наступну, меншу гирю і знову перевіряють відхилення стрілки. Гирьки необхідно ставити всі по черзі від великої до меншої. Коли наступна поставлена гирька показує, що маса гирьок велика, необхідно зменшити масу поставлених гирьок на 1 г. Якщо виявиться, що тепер маса гирьок недостатня, починають підбір часток г.

При підборі гирьок необхідно слідкувати за тим, щоб маса була меншою за кількістю гирьок. Наприклад, не можна масу 5 г поставити гирьками 2 г, 1 г, 1 г, 1 г, а необхідно поставити 5 г.

Масу 10 г необхідно ставити однією гирькою 10 г і т.д. Декілька гирьок ставлять в тому випадку, якщо немає гирьки відповідної маси; наприклад, масу 8 г, ставлять гирьки 5 г, 2 г, 1 г.

7. Повертають зовнішній диск і поєднують з покажчиком різні цифри диска підбирають десяті частки г. При кожному повороті диска необхідно попередньо аретирувати терези. Повертають внутрішній диск, підбирають соті частки г; при підборі сотих часток г можна відкривати аретир повністю.

Для того щоб знайти масу з точністю до 0,01 г, необхідно відкрити аретир повністю і через 40-50 с зняти покажчики шкали за допомогою вейтографа. Крупні ділення шкали позначені цифрами зі знаками плюс або мінус.

Знак плюс показує, що величину відліку, яку необхідно додати, а знак мінус, що величину відліку необхідно відняти. При уникненні помилок підбирають соті частки так, щоб відлік за шкалою був зі знаком мінус.

8. Записати значення маси, яку отримали. Спочатку записують сумарну масу грамів гирьок, перевіряють їх відсутність в коробці для важків. Ставлять кому і записують зі шкали дисків десяті та соті частки (перший та другий десятинний знак). Записують показання шкали (третій і четвертий десятинний знак).

☞ На аналітичних терезах зважування проводять з **точністю до четвертого десятинного знаку**, тому необхідно слідкувати за тим, щоб маса предмету, який зважують, була записана з такою ж точністю. Якщо ділення шкали залишилось близько відлікової лінії, позначеною цифрою (а не діленнями між цифрами), необхідно замість четвертого десятинного знаку поставити 0.

**Приклад запису:** на чашці терезів стояли гирьки 10 г, 1 г, на зовнішньому диска з покажчиком була цифра 3, на внутрішньому – 70; відлікова лінія знаходиться на третьому діленні (із 5) після цифри 4; маса предмета дорівнює 11,3746 г.

9. Знімають з лівої чашки предмет, який зважували, прибирають гирьки в коробку, починаючи з більш важчої. Ставлять диски на 0. Перевіряють чи не залишилося навантаження на чашках, чи не забруднені терези.

На аналітичних терезах зважують речовини в тому випадку, якщо необхідно взяти наважку до десятих часток г.

При цьому роблять наступним чином:

1. Зважують бюкс або годинникове скло, дотримуючись всіх правил зважування.

2. Визначають сумарну масу бюкса (або скла) і необхідної наважки.

3. Знімають з чашки терезів гирьки, які відповідають масі бюкса, і ставлять нові, які дорівнюють сумарній масі бюкса і наважки.

Ні в якому разі не можна додавати гирьки, які відповідають масі наважки до гир, які вже стоять на чашках терезів і відповідають масі бюкса. Необхідно закрити терези і тільки тоді поставити нову гирьку на чашу терезів.

4. Знімають бюкс з терезів, насипають в нього трішки речовини і знову ставлять на терези. Обережно відкривають аретир, спостерігають за відхиленням стрілки і встановлюють мало чи багато речовини в бюксі. Кожен раз знімають бюкс з чашки терезів, обережно досипають або відсипають речовину доки близько відлікової лінії не зупиниться ділення шкали, яке відповідає третьому і четвертому знаку сумарної маси.

Іноді наважка не повинна абсолютно точно відповідати розрахунковій кількості, а повинна бути близькою до розрахункової, але абсолютно точно зважена.

При цьому роблять наступним чином:

1. Зважують на аналітичних терезах годинникове скло або бюкс.

2. Складають їх масу з масою необхідної наважки.

3. На чашу терезів ставлять нові важки, які відповідають цій масі.

4. Насипають в бюкс або годинникове скло таку кількість речовини, щоб не потрібно було змінювати цифри на зовнішньому диску, а на внутрішньому – зміна повинна бути не більше однієї цифри.

5. Відкривають аретир повністю, знімають показання шкали і записують сумарну масу.

6. Віднімають масу бюкса і знаходять точне значення наважки.

### 5. 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 0.0000.

2. Поміщають тару. Наприклад, годинникове скло або хімічний стакан. Записують масу тари.

3. Додають необхідну масу речовини, яку необхідно зважити.

4. Вимикають терези.

## Лекція 4

### КРИСТАЛІЗАЦІЯ. ПЕРЕКРИСТАЛІЗАЦІЯ

#### План

1. Особливості кристалізації та перекристалізації.
2. Вибір розчинника для проведення перекристалізації.
3. Особливості проведення перекристалізації.
4. Дробова (фракційна) кристалізація.
5. Фільтрувальні матеріали.
6. Способи фільтрування.



**Основні поняття:** кристалізація, «сира речовина», розчинник, «маточний» розчин.



#### 1. Особливості кристалізації та перекристалізації

**Кристалізація** – процес утворення кристалів та їх росту з розчину, або розплаву або газової фази.

**Перекристалізація** – метод, що ґрунтується на різниці у розчинності речовини, яку очищають, у певному розчиннику за різних температур (без нагрівання та при нагріванні до температури кипіння розчинника).

Кристалізація і перекристалізація речовини з розчину або розплаву, а також кристалізація з газової фази (сублімація) широко застосовуються в лабораторній практиці, в промисловості, як ефективні методи очищення твердих сполук від домішок, а також для розділення суміші твердих органічних сполук.

Методи кристалізації ґрунтуються на різній розчинності речовин у спеціально підібраних розчинниках.

З одного і того самого розчину можна викристалізувати різні речовини. У цьому випадку при певній температурі розчин буде насиченим стосовно однієї і ненасиченим стосовно іншої речовини. Тому, якщо одна з речовин при охолодженні буде випадати в осад, інша речовина – залишатиметься у розчині.

У процесі органічного синтезу утворюються «сирі» (неочищені) продукти, які можуть виділятися в більш менш чистому вигляді при охолодженні реакційної суміші або після упарювання розчину, які вимагають подальшого очищення, тобто піддаються перекристалізації. Часто «сирий» продукт вдається очистити лише багатократною перекристалізацією, що призводить до великих втрат речовини. Тому необхідне попереднє очищення речовини або використання іншого методу очищення.

Очистка твердих речовин перекристалізацією є найефективнішою, але вона пов'язана з відносно великими втратами речовини у фільтраті.

## 2 Вибір розчинника для проведення перекристалізації

Правильний вибір розчинника має вирішальне значення для ефективного здійснення перекристалізації. Певні відомості про розчинність органічних сполук можна одержати із довідкової літератури.

**Розчинник, який використовують для перекристалізації, повинен володіти наступними властивостями:**

- 1) значна різниця між розчинністю речовини у певному розчиннику за кімнатної температури та при нагріванні;
- 2) розчинник повинен розчиняти при нагріванні лише речовину і не розчиняти домішки; ефективність перекристалізації зростає при збільшенні різниці у розчинності речовини та домішок;
- 3) розчинник повинен бути індиферентним як до речовини, так і до домішок;
- 4) температура кипіння розчинника повинна бути нижче за температуру плавлення речовини, яку кристалізують, на 10-15 °С, інакше при охолодженні розчину, речовина виділиться у вигляді масла, а не у кристалічній формі;
- 5) розчинник повинен легко видалятися з поверхні кристалів речовини, яку очищають.

При виборі розчинника треба застосовувати **правило** – «подібне розчиняється в подібному».

Остаточну розчинність добирають шляхом нескладного досліду: невелику пробу речовини вміщують у пробірку й додають декілька крапель розчинника. Якщо речовина розчиняється без нагрівання, такий розчинник не придатний.

Непридатний для кристалізації й такий розчинник у якому речовина мало розчиняється при нагріванні, але не кристалізується при охолодженні насиченого розчину.



При перекристалізації використовують такі **розчинники**, як воду, спирт, ацетон, толуол, хлороформ та ін.

Інколи застосовують **суміш розчинників**, в одному з яких речовина розчиняється при нагріванні, але не кристалізується при охолодженні, а в іншому не розчиняється, але добре кристалізується при охолодженні.

На практиці з цією метою використовують такі суміші: вода й етиловий спирт, ефір і етиловий спирт, вода й льодяна оцтова кислота, вода й ацетон, петролейний ефір і ацетон та ін. Речовини розчиняють у невеликій кількості розчинника (один із компонентів суміші) при нагріванні, а потім до гарячого розчину додають другий розчинник доти, доки не з'явиться слабке помутніння. При цьому виділяється чиста речовина.

Якщо розчини суспензії мають забарвлені домішки, які можуть надати забарвлення очищеній речовині, їх видаляють з розчину перед перекристалізацією за допомогою різних адсорбентів (активоване вугілля, алюмінію оксид тощо).

### 3 Особливості проведення перекристалізації

Речовину вносять у колбу і додають розчинник у такій кількості, щоб він тільки покрив речовину.

Якщо використовується органічний розчинник, до колби вставляють зворотній холодильник і нагрівають суміш до кипіння на водяній бані, яка кипить, окрім тих випадків, коли розчинник має високу температуру кипіння. Через холодильник невеликими порціями додають розчинник до повного розчинення речовини при кипінні.

У разі використання у ролі розчинника води, зворотній холодильник не потрібний.

Процедура одержання насиченого гарячого розчину така сама, як і при використанні органічних розчинників, за винятком того, що колбу можна нагрівати й на відкритому полум'ї.

Гарячий насичений розчин речовини, яку перекристалізовують, одразу відфільтровують від домішок через лійку з обігрівом. На фільтрі залишаються домішки, а в фільтраті – очищена речовина. Фільтрат охолоджують під проточною холодною водою або ставлять посуд з фільтратом у холодну воду з льодом або снігом. У міру охолодження розчинника розчинність очищеної речовини в ньому зменшується, завдяки чому утворюється перенасичений розчин та випадають кристали основної речовини.

☞ **При швидкому охолодженні одержують дрібні кристали, а при повільному охолодженні – великі кристали.** Звичайно і великі й малі кристали утворюють «маточний» розчин. Через це намагаються одержати кристали середнього розміру.

Для прискорення кристалізації речовин, які повільно кристалізуються навіть на холоді, у фільтрат додають кілька кристалів тієї самої чистої речовини або скляною паличкою труть по стінці склянки, яка містить фільтрат. В обох випадках утворюються центри кристалізації («затравка»).

Якщо розчин має недостатню концентрацію речовини, кристали можуть не випасти; тоді необхідно випарити надлишок розчинника, з урахуванням токсичних, вогненебезпечних властивостей розчинника та основної речовини.

Коли випадання кристалів припиняється, здійснюють фільтрацію з відсмоктуванням на воронці Бюхнера. Осад промивають, віджимають широким корком, переносять на фільтрувальний папір та сушать. Сушити осад можна на повітрі при кімнатній температурі між аркушами фільтрувального паперу. Гігроскопічні речовини сушать в ексикаторах, які стійкі до дії повітря й температури; в сушильних шафах сушать речовини, температура яких на 20-50 °С нижче, за температуру плавлення цієї речовини.

Осад промивають, віджимають широким корком, переносять на фільтрувальний папір та сушать. Деякі з них можна видалити активованим вугіллям, яке додається у вигляді пилу в кількості 3-5% від маси речовини. Розчин перемішують, кип'ятять і фільтрують у гарячому стані через лійку з обігрівом. Можуть повторно провести обробку активованим вугіллям.

☞ **При обробці активованим вугіллям при нагріванні, деякі сполуки можуть окислюватися за рахунок кисню, що міститься у вугіллі.**

Деякі розчини речовин, наприклад, у гексані, бензені, дихлоретані, карбон (IV) хлориді, знебарвлюють безводним алюміній оксидом, фільтрують через шар адсорбенту, який поміщають в лійку Бюхнера.

#### **4 Дробова (фракційна) кристалізація**

Це спосіб систематичного і послідовного виділення окремих фракцій кристалів. Основними прийомами дробової кристалізації є:

- а) послідовна перекристалізація;
- б) поступове видалення розчинника;
- в) поступове охолодження;
- г) дробове виділення з розчину.

**Послідовна перекристалізація** – багаторазова перекристалізація речовини з чистого розчинника і використання кожного маточника як розчинника для перекристалізації осаду, що отримується з попереднього маточного розчину.

**Дробова кристалізація** – поступова зміна ступеня насиченості розчину, при якому утворюються окремі фракції кристалів в порядку збільшення їх розчинності.

Зміни ступеня насиченості розчину можна досягти поступовим видаленням розчинника відгоном з подальшим охолодженням залишку або шляхом вільного випаровування при стоянні на повітрі, або поступовим охолодженням розчину.

Іноді ступінь насиченості розчину змінюють, додаючи розчинник, який змішується із спочатку взятим розчинником, але володіє поганою розчинністю. Після додавання «поганого» розчинника суміш нагрівають для розчинення осаду, що випав, який потім викристалізується при охолодженні.

Фракційна (дробова) кристалізація має велике значення, але для її використання потрібно відмінне володіння більш простим методом перекристалізації.

### 5 Фільтрувальні матеріали

Основна характеристика фільтрів та типи скляних пористих фільтрів Шотта наведені у табл. 2 та табл. 3 відповідно.

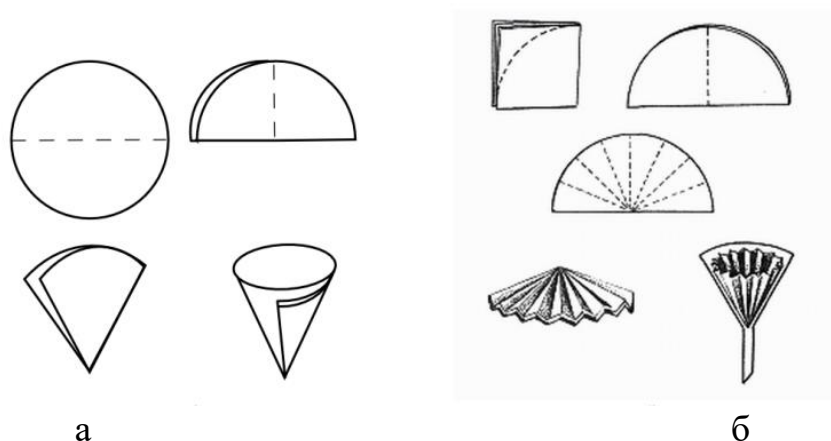
**Таблиця 2** – Характеристика паперових фільтрів

Колір стрічки	Діаметр пор, нм	Характеристика паперу; тип осаду
Рожева або чорна	10	Широкопориста, швидкофільтруюча; для грубих осадів
Біла	3	Середньої пористості; для великих осадів
Синя	1-2,5	Дрібнопориста; для дрібнозернистих осадів
Зелена	< 1	Високощільна; для дуже тонкодисперсних осадів
Жовта	3	Знежирений папір

**Таблиця 3** – Типи скляних пористих фільтрів Шотта

Фільтр	Діаметр пор, нм	Тип осаду
№1	100-120	для великокристалічних осадів
№2	40-50	для кристалічних осадів
№3	20-25	для дрібнокристалічних осадів
№4	4-20	для дуже дрібнокристалічних осадів

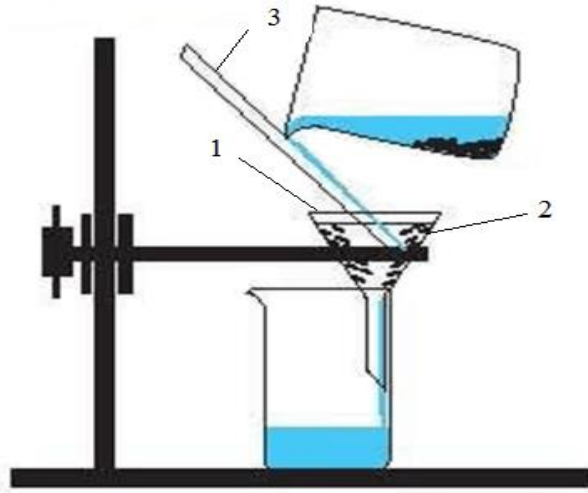
Особливості виготовлення гладкого та складчастого фільтра представлено на рис. 28.



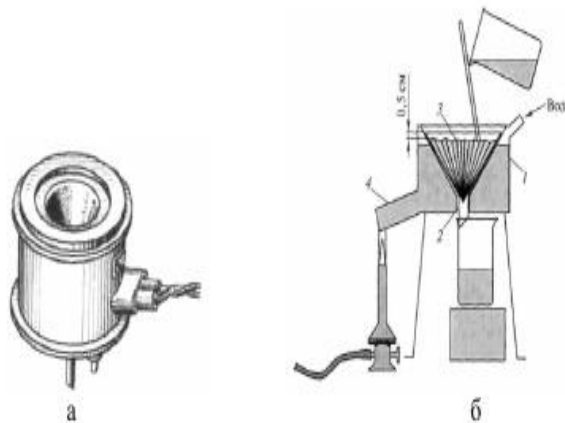
**Рисунок 28** – Виготовлення гладкого (а) та складчастого (б) фільтра

## 6 Способи фільтрування

Розділення суміші фільтруванням наведено на **рис. 29** та особливості гарячого фільтрування наведено на **рис. 30**.



**Рисунок 29** – Розділення суміші фільтруванням: 1 – скляна воронка; 2 – гладкий паперовий фільтр; 3 – скляна паличка



**Рисунок 30** – Воронка для гарячого фільтрування: а – з електричним нагрівом; б – з водяним нагрівом: 1 – водяний нагрів; 2 – скляна воронка; 3 – складчастий фільтр; 4 – відросток для нагріву води


## Лекція 5

### ПЕРЕГОНКА

#### План

1. Характеристика перегонки.
2. Проста перегонка при атмосферному тиску (дистиляція).
3. Ректифікація.
4. Перегонка при зниженому тиску (у вакуумі).

5. Перегонка з водяною парою.
6. Дробна (фракційна) перегонка

 **Основні поняття:** перегонка, тиск пари, дистиляція, ректифікація, дробна (фракційна перегонка), флегма, флегмове число.



## 1. Характеристика перегонки

Перегонка широко застосовується для очистки і розділення суміші речовин, які мають різні температури кипіння.

Перегонка може бути використана лише тоді, коли речовина, яку переганяють, досить стійка до нагрівання і практично не розкладається при температурі кипіння.

**Перегонка** – процес, який включає часткове випаровування суміші та наступну конденсацію утвореної пари. В результаті конденсації пари одержують рідину, склад якої відрізняється від складу вихідної суміші.

Шляхом перегонки **розділяють суміш рідин**, усі компоненти яких леткі, тобто мають визначений, хоч і різний тиск пари.

Розділення перегонкою ґрунтується на різній леткості компонентів суміші за однієї і тієї самої температури, а тому при перегонці **усі компоненти суміші переходять у пароподібний стан у кількостях пропорційних їх леткості**.

Парова фаза завжди містить більшу кількість низькокиплячого компонента, ніж їх рідка суміш.

При випарюванні встановлюється рівновага між рідиною і парою і відповідний тиск пари. Значення цього тиску залежить від природи рідини і температури, причому з підвищенням температури тиск пари над рідиною підвищується.

Деякі сполуки в певних співвідношеннях утворюють суміші, при перегонці яких склад пари не відрізняється від складу рідини, тобто ці суміші киплять при однаковій температурі. В цьому випадку речовини стають нероздільними. Такі суміші називають **азеотропними**.

Існує **два способи перегонки** – проста перегонка і ректифікація.

За умовами проведення розрізняють три види **простої перегонки**:

- проста перегонка при атмосферному тиску;
- перегонка при зниженому тиску (у вакуумі);
- перегонка з водяною парою.

## 2. Проста перегонка при атмосферному тиску (дистиляція)

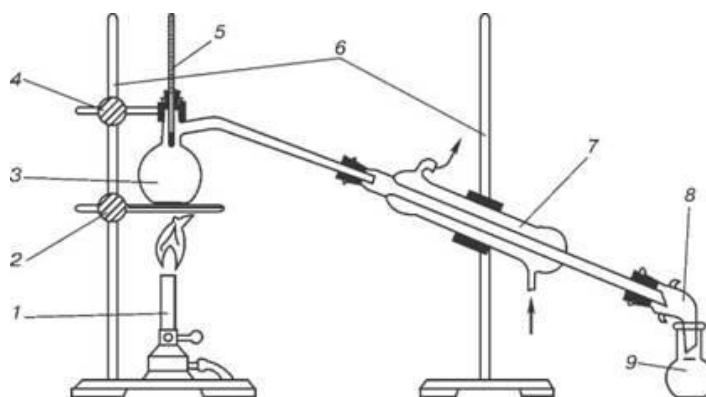
**Проста перегонка (дистиляція)** – спосіб розділення суміші рідких речовин, заснований на різній температурі кипіння компонентів суміші.

При цьому дистилат, який відганяють, збагачується низькокиплячим компонентом, а залишок – висококиплячим.

Якщо нагрівання не супроводжується розкладом речовини, або якщо рідина, яку переганяють, має не дуже високу температуру кипіння, для очистки використовують перегонку при атмосферному тиску. Цей спосіб перегонки доцільно застосовувати для рідин з температурою кипіння від 40-50 °С переганяються зі значними втратами.

Проста перегонка застосовується в тому випадку, коли **різниця в температурах кипіння суміші, яку переганяють не менше як 40 °С.**

Найпростіший прилад для перегонки складається з колби Вюрца, термометра, низхідного холодильника і алонжа (рис. 31).



**Рисунок 31** – Прилад для простої перегонки рідких низькокиплячих речовин:

- 1 – пальник Бунзена; 2 – кільце з затискачем; 3 – перегінна колба (колба Вюрца); 4 – лапка з затискачем; 5 – термометр; 6 – штативи; 7 – холодильник Лібіха; 8 – алонж; 9 – колба-приймач

Колбу Вюрца вибирають таких розмірів, щоб **рідина займала в ній 2/3 об'єму**. Колбу закріплюють у штативі й приєднують до холодильника, який теж закріплений у штативі. **Водяні холодильники** використовуються при перегонці рідин з температурою кипіння **нижче 120...130 °С**, а при перегонці речовин з температурою кипіння **130...160 °С** охолодження здійснюють **непроточною водою або в холодильнику без води.**

Рідини, що киплять при температурах **понад 160 °С**, переганяють з **повітряним** (за призначенням – низхідним, або прямим) **холодильником.**

**Термометр**, який показує температуру пари рідини, яку переганяють, вставляють у колбу так, щоб кулька з ртуттю була розташована **на 0,5 см нижче отвору відвідної трубки** для забезпечення омивання кульки. Коли весь пристрій зібрано, перевіряють правильність його складання: чи добре дібрані корки та чи вертикально стоїть термометр, чи сполучається пристрій з атмосферою, щоб не стався вибух.

У колбу наливають рідину, що підлягає перегонці, **кладуть «кипілки»** й закривають горловину корком з термометром. Підставляють приймач для дистилату і починають нагрівання.

При перегонці не допускається бурхливе кипіння, для відвернення потрапляння робочої речовини у відвідну трубку і забруднення дистилату.

При роботі пристрою з водяним холодильником треба постійно стежити за напором води в ньому: слабкий напір води або відсутність її в холодильнику може призвести до виходу пари в атмосферу, отруєння повітря і тим самим створити токсичну й вогнебезпечну обстановку.

**Речовину не можна відганяти повністю.** Перегонку припиняють, коли в перегінній колбі залишається 1-2 мл рідини.

Наприклад, горючі, легкозайmistі рідини, такі як дістиловий ефір, переганяють на водяній бані, попередньо нагрітій на електричній плитці з закритим елементом. Горючі рідини з температурою кипіння понад 100 °С можна нагрівати на електроплитках.

### 3. Ректифікація

Розділити або очистити рідини з досить близькими температурами кипіння можна методом ректифікації.

**Ректифікація** – процес розділення гомогенних сумішей летких речовин в одному приладі (ректифікаційній колонці) шляхом створення послідовного ряду фазових рівноваг між стікаючою назад флегмою і паром, яка піднімається вгору в умовах відомого температурного градієнта за всією довжиною колонки.

За рахунок багатократного повторення процесів випарювання і конденсації пари збагачується легкокиплячим компонентом, а в перегонку колбу разом з флегмою стікає висококиплячий компонент.

Звичайні лабораторні колонки для ректифікації дозволяють розділити рідини з різницею температури кипіння не менше 10 °С.

Ректифікаційна колонка повинна бути термоізольованою, щоб процеси в ній відбувалися в умовах, близьких до адіабатичних. При значному відхиленні від таких умов, а саме, при перегріванні або охолодженні стінок колонки, правильна робота колонки буде порушена і ефективність її набагато знижена. Інколи ізоляцію поєднують із зовнішнім обігрівом.

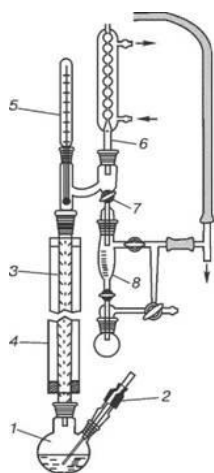
Ефективна робота ректифікаційної колонки можлива: при забезпеченні тісного контакту пари з рідиною; при достатній кількості флегми, яка надходить на зрошення. Для створення зазначених умов колонки заповнюють насадками (скляні чи порцелянові кільця, обрізки скляних трубок), а колонку з'єднують з конденсатором. Роль конденсатора з частковою конденсацією пари може виконувати звичайний дефлегматор.

Проста установка для ректифікації зображена на **рис. 32**.

### 4. Перегонка при зниженому тиску (у вакуумі)

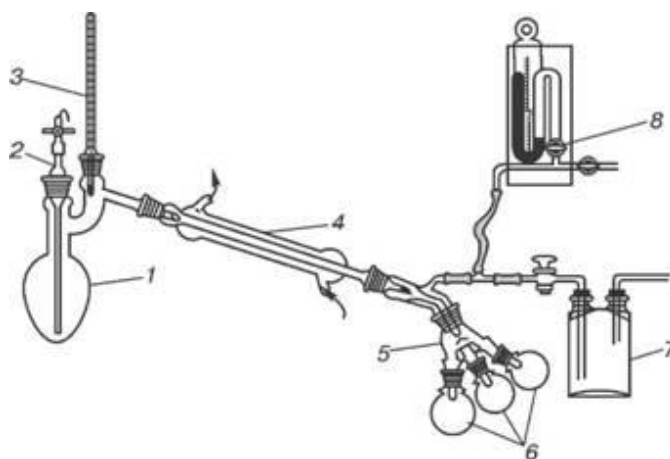
Перегонку у вакуумі застосовують тоді, коли треба знизити температуру кипіння речовини, що підлягає очистці, щоб уникнути її розкладу або відвернути інші хімічні зміни.

Зниження тиску досягається водоструминними або масляними насосами. Для складання вакуум-установки використовують тільки круглодонні колби, оскільки плоскодонні не витримують зовнішнього тиску.



**Рисунок 32** – Установка для ректифікації:  
 1 – колба; 2 – капіляр;  
 3 – колонка; 4 – ізоляція;  
 5 – термометр;  
 6 – конденсатор (головка);  
 7 – кран для регулювання співвідношення між кількістю флегми і конденсату;  
 8 – приймач

Для перегонки при зниженому тиску (у вакуумі) використовують колби Кляйзена (**рис. 33**). Інколи, особливо при розгонці рідин, застосовують колби з дефлегматорами.



**Рисунок 33** – Прилад для перегонки при зниженому тиску (у вакуумі):  
 1 – колба, для перегонки; 2 – капіляр; 3 – термометр; 4 – холодильник;  
 5 – алонж («павук»); 6 – приймачі; 7 – запобіжна склянка; 8 – манометр

Колбу для перегонки оснащують термометром і капіляром, виготовленим із товстостінної скляної трубки. Через капіляр надходить повітря або інший інертний газ, що сприяє рівномірному кипінню рідини, без поштовхів і перекидання в холодильник. Якщо капіляр не досить тонкий, на нього надягають невеликий кусок гумової трубки з затискачем.

Для охолодження пари рідини, яка кипить до температури  $130^{\circ}\text{C}$ , використовують **водяні холодильники**, а вище  $130^{\circ}\text{C}$  – **повітряні**.

Між приладом і насосом необхідно ставити запобіжну склянку, щоб уникнути засмоктування води з насоса в прилад або в манометр. Як приймач при перегонці без фракціонування можна використовувати колбу Вюрца. Для відбору в процесі вакуум-перегонки окремих фракцій слугують різні види алонжів («павуки»).

Усі частини приладу з'єднують між собою за допомогою гумових пробок або шліфів і товстостінних гумових трубок. Пробки й трубки перед збиранням злегка змащують гліцерином чи вазеліном. Включати в роботу вакуум-



установку можна тільки після перевірки її на герметичність. Для цього на відвід «павука» натягують гумовий шланг від насоса, вмикають насос, потім перекривають шляхи сполучення приладу з атмосферою. Після цього відкривають кран біля манометра і перевіряють тиск, який встановився в системі. Вмикають насос у зворотному порядку.

Після перевірки приладу колбу наповнюють на **2/3 об'єму робочою рідиною** через горловину, призначену для термометра. Потім **вмикають насос** і після встановлення необхідного тиску починають нагрівати колбу на вибраній для цього бані. Вакуум-перегонку здійснюють з **швидкістю 2-3 краплі за с**, регулюючи нагрівання.

Окремі фракції відбирають, міняючи приймач поворотом «павука». При відборі нової фракції кран біля манометра відкривають і перевіряють залишковий тиск за різницею рівнів ртуті в обох колінах манометра.

Після закінчення перегонки нагрівання припиняють, дають установці охолонути і тільки потім вирівнюють у ній тиск.

Впускають повітря в систему так само, як і при перевірці на герметичність.

## 5. Перегонка з водяною парою

Перегонка з водяною парою застосовується **для виділення і очистки нерозчинних і малорозчинних речовин**, що розкладаються при звичайній перегонці. Це найефективніший метод очистки від смолистих домішок, а також природних масел і смол на фракції.

Перегонку з водяною парою можна застосовувати також для розділення суміші висококиплячих речовин, із яких тільки одна відганяється парою (наприклад, природні смоли і масла, які мають леткі і нелеткі з парою фракції).

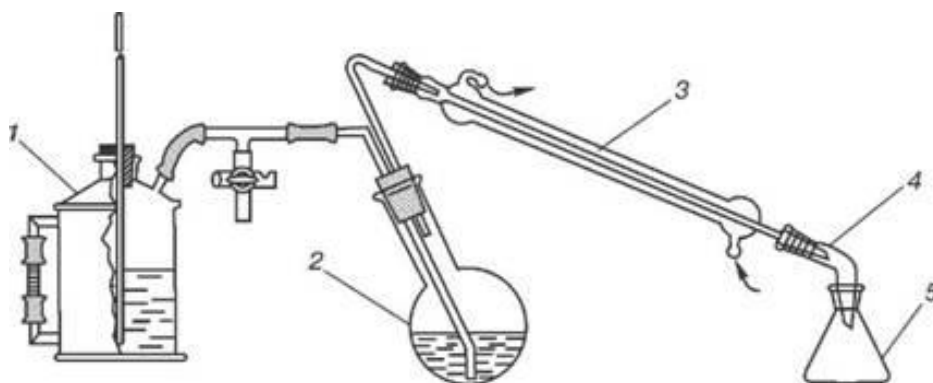
Відповідно до закону Дальтона сумарний тиск пари  $P$  є сумою парціальних тисків пари води  $P_v$  та нерозчинної у воді речовини  $P_a$ .

$$P = P_v + P_a \text{ Отже, } P_v = P - P_a < P.$$

Температура кипіння такої суміші при атмосферному тиску завжди буде нижчою за  $100^\circ\text{C}$ , тобто цей спосіб дозволяє переганяти при атмосферному тиску висококиплячі речовини, один із компонентів яких нестійкий при температурі понад  $100^\circ\text{C}$ .

На практиці, в колбу з сумішшю води і речовини, яку очищують, спрямовують водяну пару, під дією якої утворюється пара, у складі якої є пара речовини, яку очищують. Ця змішана пара спрямовується в низхідний холодильник, де конденсується, в результаті чого утворюється суміш двох нерозчинних одна в одній речовин, які потім розділяють відомими методами.

Установка для перегонки з водяною парою зображена на **рис. 34**.



**Рисунок 34** – Прилад для перегонки з водяною парою: 1 – пароутворювач; 2 – колба, для перегонки; 3 – холодильник; 4 – алонж; 5 – приймач

Як пароутворювач можна використати колбу Кляйзена з глибоко встановленою трубкою, а найкраще – металевий паровик, обладнаний запобіжною і водомірною трубками. Пароутворювач заповнюють водою на 2/3 об'єму. Колбу для перегонки закріплюють похило, щоб бризки через паровивідну трубку не потрапляли в холодильник.

Речовину для очищення вміщують з невеликою кількістю води в колбу, для перегонки, яку щільно закривають гумовою пробкою з двома трубками: одна з них через трійник з'єднана з пароутворювачем, а друга – з холодильником.

Коли вода в паровику закипить, трійник закривають за допомогою гвинтового затискача, і пара надходить у перегінну колбу. Щоб пара води не конденсувалася (затвердіння конденсату) в холодильник, припиняють подачу охолоджувальної води.

Після розплавлення затверділої речовини включають воду в холодильник: дуже обережно, щоб холодильник не лопнув через різкий перепад температур.

**Перегонку припиняють, коли почне переганятися чиста вода.** Відкривають затискач на трійнику і припиняють нагрівання пароутворювача.

Дистилат розділяють у ділильній лійці. Рідку органічну речовину висушують від залишків води одним з придатних для цього осушувачів. Тверду речовину сушать між аркушами фільтрувального паперу або в ексікаторі з висушувачем.

При перегонці малолетких речовин використовують перегріту водяну пару, для чого між перегінною колбою і пароутворювачем ставлять пароперегрівач, мідний змійовик, обладнаний гільзою для термометра. Пароперегрівач нагрівають пальником до необхідної температури, а колби – на бані, температура якої на 10-15 °С вища за температуру перегрітої пари.

## **6. Дробна (фракційна) перегонка**

В основі всякої дробної перегонки лежить закон фазової рівноваги в системі рідина-пара, відкритий Д.П. Коноваловим: **пара збагачена тим компонентом, додавання якого до рідини знижує температуру її кипіння.**

**Дробна перегонка** – спосіб, при якому із суміші рідин з різними температурами кипіння виділяють окремі компоненти.

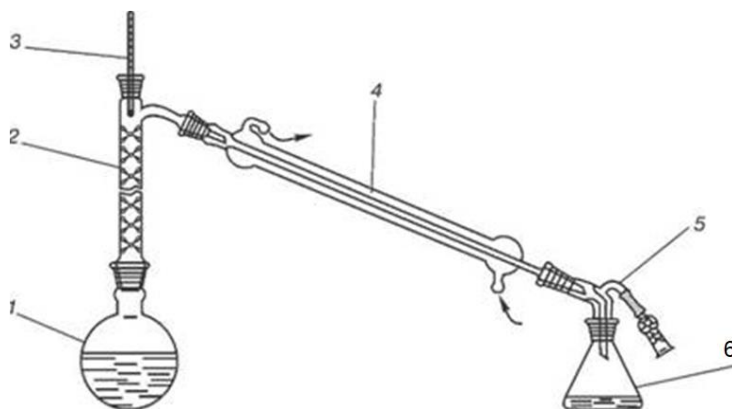
Існує два основних типи дробної перегонки:

- а) послідовна багатократна дробна перегонка;
- б) точна дробна перегонка в одну операцію (ректифікація).

При багатократній дробній перегонці відбирають кілька фракцій у попередньо визначених температурних інтервалах або в інтервалах температур, які визначають за змінами швидкості перегонки. Потім від першої фракції відганяють одну або дві фракції; перегонку ведуть доти, поки температура пари не досягне значення, яке спостерігали при початковій перегонці цієї фракції.

До залишку додають другу фракцію і продовжують перегонку попереднім способом. Такі прийоми перегонки проводять кілька разів, відбираючи фракції в попередньо обраних інтервалах температур або зважаючи межі кипіння основних фракцій.

При дробних перегонках користуються дефлегматорами, що дає можливість підвищити ефективність розділення сумішей і, як наслідок, зменшити число перегонки (**рис. 35**). Певний тип дефлегматора вибирають з урахуванням властивостей рідин, які утворюють суміш. Дефлегматор закривають корком з термометром. Конструкція дефлегматорів забезпечує охолодження зовнішнім повітрям частини висококиплячих парів, які стікають назад до колби. Низькокиплячі пари надходять у холодильник, а звідти у вигляді конденсату – в приймач.



**Рисунок 35** – Установа для фракційної перегонки: 1 – колба для перегонки; 2 – дефлегматор; 3 – термометр; 4 – холодильник; 5 – алонж із хлорокальцієвою трубкою; 6 – колба приймач

Стікаюча назад в колбу рідина називається **флегмою**, а відношення кількості конденсату, що повертається до перегінної колби, до кількості одержаного дистилату в одиницю часу, називається **флегмовим числом**.

Флегмове число характеризує розділення суміші на компоненти та швидкість перегонки. Наприклад, якщо флегмове число велике, розділення суміші буде тим повніше, чим менша швидкість перегонки.

## Лекція 6

### ЕКСТРАКЦІЯ

#### План

1. Загальна характеристика екстракції. Практичне застосування методу.
2. Розподілення речовини між двома рідинами.
3. Основні кількісні характеристики екстракції.
4. Швидкість екстракції та екстракційні системи.



**Основні поняття:** екстракція, коефіцієнт розподілення, апарат Сокслета.



#### 1. Загальна характеристика методу

**Екстракція** – метод розділення і концентрування речовин, заснований на розподілі речовини між двома фазами, які не змішуються.

Перевагою екстракційних методів є їх швидкість.

Для проведення розділення звичайно достатньо декількох хвилин. Для проведення екстракційного розділення в аналітичних лабораторіях використовують ділильні воронки, апарат Сокслета. В препаративній роботі застосовується також методика противоточної екстракції.

В якості однієї з фаз зазвичай використовують воду, в якості іншої – органічний розчинник.

Речовина, яку екстрагували, частіше всього забарвлена, що дозволяє безпосередньо використовувати екстракт для кількісних фотометричних визначень мікрокомпонента.

Екстракційні методи використовують в технології кольорових металів для визначення всіх елементів.

#### Практичне застосування методу

У сучасному хіміко-токсикологічному аналізі **екстракційні методи використовують:**

1) з аналітичною метою, для ізолювання лікарських речовин та отрут при проведенні хіміко-токсикологічних досліджень, а також для виявлення токсичних речовин

2) за допомогою окремих якісних реакцій, кількісного визначення цих речовин екстракційно-фотометричними методами;

3) фармацевтичній практиці екстракцію використовують для виділення з ЛРС ефірних масел, алкалоїдів; на різних стадіях одержання та очищення антибіотиків; при виготовленні екстрактів, настоек;

3) сучасні методи очищення стічних вод хімічного, фармацевтичного та парфумерно-косметичного виробництва включають стадію екстракції;

4) для концентрування досліджуваних речовин, що знаходяться в дуже розбавлених розчинах;

5) для ізолювання токсичних речовин з об'єктів біологічного походження, очищення витяжок з біологічного матеріалу від домішок, виділення токсичних речовин з попередньо очищених витяжок;

б) у технології кольорових металів та для визначення всіх елементів.

Для розділення елементів, які реагують з даним екстрагентом використовуються відмінності в константах екстракції, значеннях рН, при яких відбувається екстракція, застосовуються введення спеціальних речовин, які утворюють комплекси з компонентами суміші. Характеристикою, яка дозволяє передбачити і кількісно оцінити можливість розділення, є **коефіцієнт збагачення**.

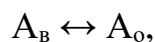
Різниці в рН, при яких відбувається екстракція різних елементів, використовується, наприклад, при аналізі суміші  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ . Всі ці йони екстрагуються розчином 8-оксихіноліну в хлороформі при різних значеннях рН. Йон  $\text{Fe}^{3+}$  екстрагується в широкій області рН (від 2,0 до 10,0), йон  $\text{Al}^{3+}$  – в області рН от 4,5 до 11,0 та  $\text{Mn}^{2+}$  – при рН від 6,5 до 10,0. Практично йон  $\text{Fe}^{3+}$  вилучається при рН 2,5-3,0, йон  $\text{Al}^{3+}$  – при рН 5,0 та йон  $\text{Mn}^{2+}$  при рН 10,0. Аналогічно проводять розділення при екстракції дитизоном, ацетилацетоном та іншими реагентами.

При розділенні в галогенідних системах використовують залежність екстракції від концентрації галогеніду. Так наприклад, в хлоридному середовищі  $\text{Co}^{2+}$  у вигляді  $\text{CoCl}_4^{2-}$  легко відділяється від  $\text{Ni}^{2+}$ , хлоридні комплекси якого малостійкі.

Іноді ефективним є застосування реекстракції, тобто процесу зворотного вилучення речовини з органічної фази у воду. Водні розчини для реекстракції підбирають таким чином, щоб вилучення із органічної фази було селективним. Наприклад, при обробці розчину дитизонатів п्लомбуму, цинку, феруму і купрум у  $\text{CCl}_4$  0,4 М розчином  $\text{HCl}$  із органічної фази вилучається цинк, при обробці 4 М розчином  $\text{HCl}$  в водну фазу переходить і п्लомбум; ферум і купрум залишаються в органічній фазі.

## 2. Розподілення речовини між двома рідинами

При контакті водного розчину речовини А з яким-небудь неводним розчинником, який не змішується або гранично змішуються з водою, розчинена речовина А буде розподілятися між обома розчинниками і через якийсь час в такій системі спостерігається рівновага:



де  $A_{\text{в}}$  і  $A_{\text{о}}$  – речовина А у воді і в органічному розчиннику відповідно

Процес переносу розчиненої речовини із однієї рідкої фази в іншу, яка з нею не змішується або гранично змішуючи рідку фазу називають **рідинно-рідинним розподіленням** або **розподіленням між двома рідинами**.

Кількісно цей процес характеризується **законом розподілення Нернста-Шилова**, у відповідності з яким, відношення концентрацій розчиненої

речовини в обох фазах при постійній температурі постійне і не залежить від загальної концентрації розчиненої речовини:

$$D = [A_o] / [A_B], \quad (1)$$

де:  $D$  – коефіцієнт розподілення;  $[A_o]$  – аналітична, тобто сумарна концентрація всіх форм речовини  $A$  в органічній фазі;  $[A_B]$  – аналітична, тобто сумарна концентрація всіх форм речовини  $A$  в водній фазі

Величина  $D$  зберігає постійність лише в присутності процесів дисоціації, асоціації, полімеризації та інших перетворень розчиненої речовини.

Іноді закон розподілення можливо записати наступним чином:

$$D = [A_o] / [A_B^n] \quad (2)$$

в якому  $n$  підбирають емпірично.

Коефіцієнт розподілення пов'язаний з розчинністю речовини.

Наприклад, якщо в систему із води і органічного розчинника, який не змішується з водою необхідно ввести тверду речовину до насичення, тоді концентрація речовини в кожній фазі буде дорівнювати його розчинності у відповідному розчиннику і, відповідно закон розподілення буде мати вигляд:

$$D = (S_A)_o / (S_A)_B, \quad (3)$$

де:  $(S_A)_o$  – розчинність речовини в органічному розчиннику;  $(S_A)_B$  – розчинність речовини у воді

### 3. Основні кількісні характеристики екстракції

**Екстракція** – рідинно-рідинне розподілення, коли із водного розчину, речовина вилучається в органічний розчинник, який не змішується з водою.

Реагент, який утворює екстрагуючу сполуку, називають **екстрагуючим реагентом**, а органічний розчинник, який використовується для екстракції або розчин екстракційного реагенту в органічному розчиннику називають **екстрагентом**.

Важливою характеристикою екстракції є **фактор (або ступінь) вилучення**:

$$R = n(A) / n(A)_B, \quad (4)$$

де  $n(A)$  – кількість речовини в органічній фазі;  $n(A)_B$  – вихідна кількість речовини у водній фазі.

$$n(A) = [A]_o \cdot V_o \quad (5)$$

$$n(A)_B = c_A^0 \cdot V_B = [A]_o \cdot V_o + [A]_B \cdot V_B \quad (6)$$

де:  $c_A^0$  – концентрація речовини  $A$  у вихідному водному розчині.

$$R = [A]_o \cdot V_o / [A]_o \cdot V_o + [A]_B \cdot V_B = D / D + V_B / V_o = D / D + 1/r \quad (7)$$

де:  $r = V_o / V_B$

Після першої екстракції будемо мати:

$$c_A^0 = [A_1]_o \cdot V_o + [A_1]_B \cdot V_B, \quad (8)$$

де індекс «1» – номер екстракції.

$$c_A^0 = D [A_1]_o \cdot V_o + [A_1]_B \cdot V_B \quad (9)$$

$$[A_1]_B = c_A^0 \cdot V_B / D \cdot V_o + V_B = c_A^0 / D \cdot r + 1 \quad (10)$$

Після другої екстракції будемо мати:

$$[A_2]_B = [A_1]_B / D \cdot r + 1 = c_A^0 / (D \cdot r + 1)^2 \quad (11)$$

Після  $m$  екстракцій будемо мати:

$$[A_m]_B = c_A^0 / (D \cdot r + 1)^m \quad (12)$$

Звідки:

$$m = \lg c_A^0 / [A_m]_B / \lg D \cdot r + 1 \quad (13)$$

За формулою 13, можна розраховувати кількість екстракцій, необхідне для досягнення заданого ступеня вилучення. Наприклад, для екстракції 99% речовини із водного розчину необхідно зробити  $m = 2 / \lg (Dr + 1)$  екстракцій; при  $Dr = 1$ , це складає  $m = 2 / 0,3 = 7$  операцій, а при  $Dr = 5$ ,  $m = 2 / 0,78 = 2,6 \approx 3$  операції.

**Ступінь вилучення при  $m$ -кратній екстракції  $R_m$ :**

$$\begin{aligned} R_m &= c_A^0 \cdot V_B - [A_m]_B \cdot V_B / c_A^0 \cdot V_B = 1 - c_A^0 \cdot V_B / (Dr + 1)^m \cdot c_A^0 \cdot V_B = \\ &= 1 - 1 / (Dr + 1)^m \end{aligned} \quad (14)$$

При  $m = 1$ ,  $r = 1$  воно переходить в:

$$R_1 = D / D + 1$$

Більш загальною характеристикою можливості розділення є **фактор збагачення  $S$** , який показує в скільки разів відношення кількостей речовин, які розділяють, у фазі екстрагенту перевищує це відношення в вихідному розчині до розділення або це величина, на яку необхідно помножити відношення вихідних кількостей катіонів, які розділяють, щоб отримати відношення їх кількостей після розділення (в органічній фазі):

$$n(B)_o / n(A)_o = S_{B/A} n(B) / n(A) \quad (15)$$

звідки фактор збагачення  $S_{B/A}$ :

$$S_{B/A} = n(B) \cdot n(A)_o / n(B)_o / n(A) = R_B / R_A \quad (16)$$

Залежність фактора збагачення від коефіцієнтів розподілення й інших величин:

$$S_{B/A} = [(D_{Br} + 1)^m - 1] \cdot (D_{Ar} + 1)^m / [(D_{Ar} + 1)^m - 1] \cdot (D_{Br} + 1)^m \quad (17)$$

При  $m = 1$  і  $r = 1$ :

$$S_{B/A} = D_B (D_A + 1) / D_A (D_B + 1) \quad (18)$$

Якщо, наприклад,  $D_A = 10^4$ , а  $D_B = 0,1$ , тоді коефіцієнт розділення  $\chi = D_A / D_B = 10^4 / 0,1 = 10^5$  має доволі велике значення. Однак це не забезпечує задовільного розділення, так як хоча елемент А вилучається на 99,99%, але елемент В переходить в органічну фазу теж в значних кількостях ( $\approx 10\%$ ).

Фактор збагачення для цієї системи дорівнює:

$$S_{B/A} = 0,1 (10^4 + 1) / 10^4 (0,1 + 1) = 0,1.$$

Якщо при тому ж значенні коефіцієнту розділення  $\chi = 10^5$ , коефіцієнти розділення будуть  $D_A = 10^2$  і  $D_B = 10^{-3}$ , то фактор збагачення буде дорівнювати:

$$S_{B/A} = 10^{-3} (10^2 + 1) / 10^2 (10^{-3} + 1) = 10^{-3},$$

тобто значення на два порядки менше, ніж в першому випадку. Елемент А перейде в органічний розчинник на 99%, а елемент В – тільки на 0,1%.

Таким чином, коефіцієнт  $S_{B/A}$  більш реальний, ніж  $\chi$ , характеризує можливості розділення елементів. Дослід показує, що органічну фазу із водного розчину, речовина переходить у вигляді електронейтральних частинок: координаційних сполук, йонних асоціатів і т.д.

Зі збільшенням температури, екстракція, як правило, погіршується.

#### 4. Швидкість екстракції та екстракційні системи

Швидкість екстракції визначається головним чином швидкістю утворення речовини, яку екстрагували, і швидкістю його розподілення між фазами.

Якщо швидкість екстракції не залежить від інтенсивності перемішування, то лімітуючою стадією є швидкість утворення речовини, яку екстрагували. Сполуки типу йонних асоціатів утворюються швидко і рівновага екстракції в таких системах також встановлюється з високою швидкістю за 3-5 хв. Це спостерігається в багатьох хелатних системах і, таким чином, в більшості випадків рівновага встановлюється доволі швидко.

**Наприклад**, рівновага при екстракції талію і цинку дитизонатів встановлюється за 1-3 год. Невелика швидкість утворення координаційних сполук хрому, платинових і декількох інших металів обумовлює і малу швидкість екстракції цих металів. Для пришвидшення процесу іноді водний розчин, який аналізують, нагрівають разом з реагентом, щоб відбулося комплексоутворення і, потім після охолодження екстрагують.

Суттєвий вплив на швидкість екстракції впливає природа органічного розчинника. Відмічено, що в багатьох випадках швидше екстрагують ті розчинники, у яких розчинність реагенту менше.

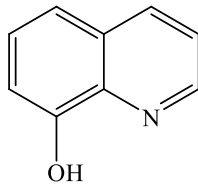


**Наприклад,** розчинність ацетилацетону в карбон (IV) тетрахлориді майже на порядок менше, ніж в хлороформі. Рівновага розподілення ацетилацетоната феруму (III) в системі  $\text{CCl}_4 - \text{H}_2\text{O}$  досягається приблизно за 30 хв., а в системі  $\text{CHCl}_3 - \text{H}_2\text{O}$  – за 3 год. Різниця в швидкості екстракції використовується для розробки методик розділення елементів. Відомо, наприклад, що гідраргіум дитизонат екстрагується хлороформом дуже швидко (за 1-2 хв.), купрум дитизонат – повільно. Ця різниця в швидкостях екстракції складає основи методики їх екстракційного розділення.

### Екстракційні хелатні системи

Широке застосування в практиці екстракції знайшли: 8-оксихінолін і його похідні, дитизон і його аналоги,  $\beta$ -дикетони, оксими, дитиокарбамінати, алкілфосфорні кислоти і багато інших сполук.

#### 1) 8-Оксихінолін (або оксин).

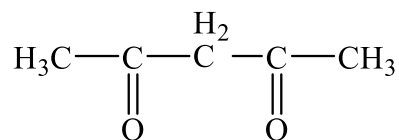


8-оксихінолін (або оксин)

Малорозчинний у воді ( $3,6 \cdot 10^{-3}$  моль/л при кімнатній температурі) і етері, але дуже добре розчинний в спирті, бензені, хлороформі й інших органічних розчинниках. Для екстракції звичайно використовують хлороформні розчини, які містять 1-5% оксихіноліну. Константа розподілення 8-оксихіноліну між водою і хлороформом при  $25^\circ\text{C}$  складає  $\approx 500$ . Оксихінолін є одним із самих універсальних реагентів: він взаємодіє більш чим з 50 елементами (Pd, Mo, W, V, Tl, Fe, Zr, Ga, Cu, Ti, In, Bi, Ni і ін.). Багаточисленні галогеніди і інші заміщенні оксихіноліни також володіють екстракційними властивостями, але вони менш універсальні.

Широко використовуються в якості екстрагентів  $\beta$ -дикетони, особливо ацетилацетон і теноїлтрифторацетон.

#### 2) Ацетилацетон.

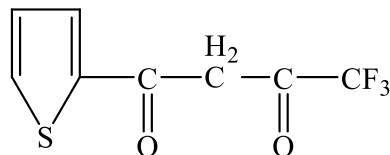


ацетилацетон

Змішується з хлороформом, бензином, ефіром і іншими органічними розчинниками; його розчинність у воді складає 172 г/л при  $20^\circ\text{C}$ . Константа розподілення ацетилацетону між водою і бензином складає 5,8, між водою і хлороформом 25. Для екстракції можна використовувати безпосередньо сам ацетилацетон, який в даному випадку є і реагентом, і розчинником, а також розчини ацетилацетону в бензені, хлороформі, карбон (IV) тетрахлориді або

іншому органічному розчиннику. Ацетилацетон утворює сполуки більш ніж з 60 елементами (Pb, Tl, Fe, Pu, U, Ga, Cu, Sc, Al, In, Th, Pb, Ni, La і ін.). Ацетилацетонати добре розчинні в органічних розчинниках і мають високу термічну стійкість: багато з них можуть підвергатися возгонці без нагрівання.

### 3) Теноїлтрифторацетон.

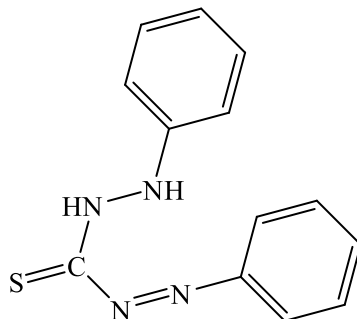


теноїлтрифторацетон

Теноїлтрифторацетон у воді недостатньо розчиняється; в органічних розчинниках значно краще. Константа розподілення між водою (підкисленою) і бенzenом дорівнює 40. За допомогою теноїлтрифторацетону можлива екстракція металів із кислих розчинів, що є його важливою перевагою. Теноїтрифторацетон широко застосовують для виділення і розділення актинидів. Сполуки багатьох металів (урану, купруму, феруму і ін.) з теноїтрифторацетоном забарвлені, тому безпосередньо органічна фаза, яка містить теноїлтрифторацетонати цих металів, можна фотометризувати.

До числа реагентів, які найбільше застосовуються в екстракції, відносяться дитизон і його аналоги.

### 4) Дитизон (або дифенілтіокарбазон).



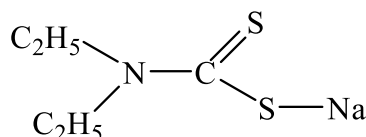
дитизон (або дифенілтіокарбазон)

Скорочено дитизон можна позначити  $H_2Dz$ . У воді практично не розчинний; добре розчинний у хлороформі і карбон (IV) тетрахлориді. Константа розподілення дитизону між водою і хлороформом дорівнює  $2 \cdot 10^5$ , між водою і карбон (IV) тетрахлоридом  $1 \cdot 10^4$ . За реакцією з дитизоном визначають: Pd, Au, Hg, Ag, Cu, Bi, Pt, In, Zn, Cd, Co і ін. елементи. Для підвищення селективності екстракцію проводять в різних областях рН в присутності комплексоутворюючих добавок. Наприклад, екстракцією вісмута в слабко кислому середовищі можна відділити його від цинку, кадмію, плумбуму і інших елементів. В присутності ціанлі-йонів дитизон екстрагує тільки цинк і станум. Ефективне використання в якості комплексоутворюючих добавок тіоціанату, тіосульфату, ЕДТА і ін. Сам дитизон і дитизонати металів інтенсивно забарвлені, що дозволяє проводити чутливі фотометричні

визначення безпосередньо в органічній фазі після екстракції. Знаходять застосування також різні аналоги дитизону (метил-, феніл-, хлоро-, бромо- і інші похідні), які реагують з меншою кількістю йонів і, відповідно більш селективні, ніж дитизон.

Важливим представником реагентів групи дитіокарбамінатів є **натрію диетилдитіокарбамінат**.

### 5) Натрію диетилдитіокарбамінат.



натрію диетилдитіокарбамінат


Він дуже добре розчинний у воді, гірше в спирті, у вигляді диетилдітіокарбамінової кислоти розчинний у хлороформі, бензені, карбон (IV) тетрахлориді і близьких розчинниках. Константа розподілення між органічною і водною фазами дорівнює 340 для карбон (IV) тетрахлориду і 2360 для хлороформу. Водні розчини диетилдитіокарбамінової кислоти нестійкі. Диетилдитіокарбамінат реагує з декількома десятками елементів (Hg, Ag, Cu, Tl, Ni, Bi, Pd, Cd, Sb і ін.). В присутності ЕДТА селективність екстракції збільшується. Деякі диетилдитіокарбамати мають забарвлення: комплекс вісмуту – жовте, кобальту – зелену, купруму – коричневу і т.ін., що дозволяє проводити фотометричні визначення, використовуючи безпосередньо органічні екстракти.

## Лекція 7

### СУБЛІМАЦІЯ

#### План

1. Характеристика сублімації.
2. Особливості проведення сублімації.

 **Основні поняття:** сублімація (возгонка), температура сублімації.



#### 1. Характеристика сублімації

**Сублімація** – випаровування твердої речовини з наступною конденсацією пари в твердий стан, минувши рідкий. Процес відбувається за нижчої температури, від температури плавлення.

**Температура сублімації** – температура, при якій тиск пари над твердою речовиною дорівнює зовнішньому тиску.

Швидкість сублімації прямо пропорційна тиску пари речовини при даній температурі й обернено пропорційна зовнішньому тиску в приладі.

**Сублімація** – досить повільний процес.

Чим менша різниця між зовнішнім тиском і тиском пари, тим більша швидкість сублімації.

При підвищенні температури збільшується тиск пари над речовиною, отже і швидкість сублімації. Цей спосіб збільшення швидкості сублімації використовується обмежено, щоб уникнути розкладу речовини.

Другим способом збільшення швидкості сублімації, який ґрунтується на видаленні пари від поверхні речовини, є застосування вакууму. Гарний результат можна одержати вже при тиску 12...15 мм рт. ст., навіть при використанні вакуумного насоса.

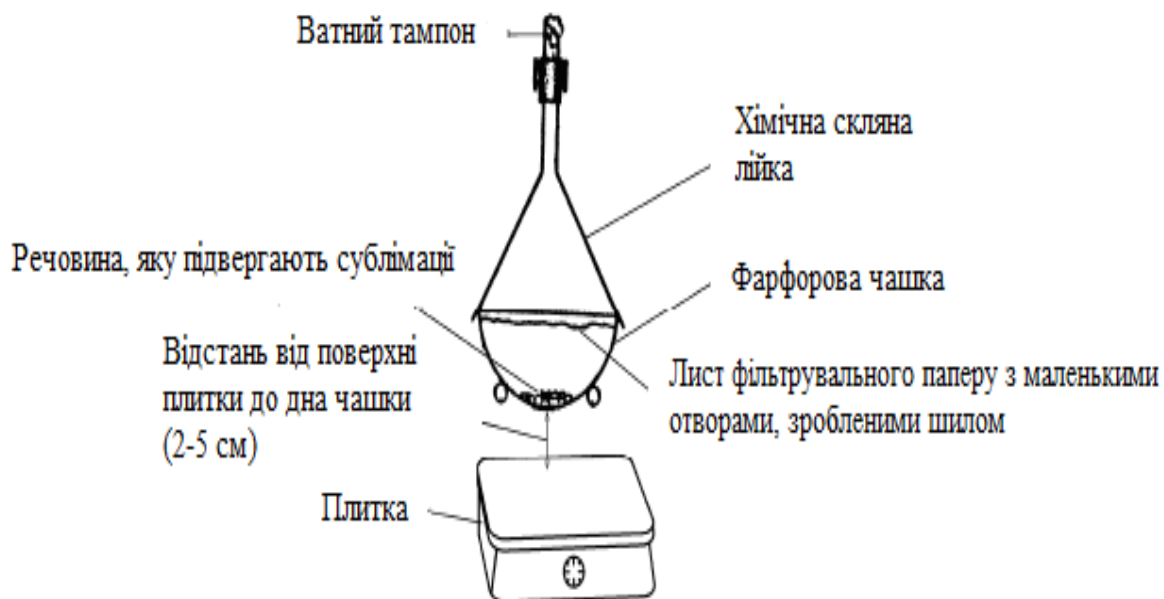
Швидкість сублімації, як при будь-якому випарюванні, прямо пропорційна поверхні випарюваної речовини, яку необхідно добре подрібнювати.

Сублімація зручна тоді, коли випаровується лише основний продукт. Не всі речовини здатні сублімуватися.

Сублімацію використовують для очистки хінонів, багатоядерних вуглеводнів, ароматичних карбонових кислот. Цей метод зручний тим, що можна очистити речовину майже без витрат (вихід чистого продукту – 98-99%), це важливо при роботі з малими кількостями, наприклад, меншими від 0,1 г.

## 2. Особливості проведення сублімації

Сублімацію можна здійснювати в фарфоровій чашці, яку накривають паперовим фільтром з невеликими отворами для того, щоб сублімат не падав назад на речовину. Потім чашку прикривають конічною лійкою (рис. 36). Кінчик лійки нещільно закривають ватою.



**Рисунок 36** – Прилад для сублімації при атмосферному тиску

Лійку охолоджують мокрим фільтрувальним папером.

Нагрівати чашку треба повільно і на невеликому полум'ї. Розбирати пристрій можна після його охолодження до кімнатної температури.

Сублімацію невеликої кількості речовини здійснюють на годинниковому склі, на яке кладуть фільтрувальний папір, і зверху накривають іншим склом. Скло вміщують у невелику піщану баню.

Верхнє скло охолоджують мокрим фільтрувальним папером.

## Лекція 8

### ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ ПЛАВЛЕННЯ

#### План

1. Характеристика процесу визначення температури плавлення.
2. Особливості проведення визначення температури плавлення.

 **Основні поняття:** температура плавлення, швидкість плавлення.



#### 1 Характеристика процесу визначення температури плавлення.

**Температура плавлення речовини** – температурний інтервал від початку плавлення до повного плавлення речовини.

Чим чистіша речовина, тим менший цей інтервал. Різниця між температурою, при якій з'являється рідка фаза, і температурою повного розплавлення для чистих сполук не перевищує 0,5 °С.

Незначні домішки в речовині знижують температуру плавлення, і воно відбувається в більш широкому інтервалі. Цими властивостями користуються для встановлення ідентичності двох речовин. Для цього ретельно змішують рівні кількості речовин («змішана проба») і визначають температуру плавлення суміші. Якщо температура плавлення цієї «змішаної проби» залишається незмінною, роблять висновок про ідентичність обох речовин.

#### 2. Особливості проведення визначення температури плавлення

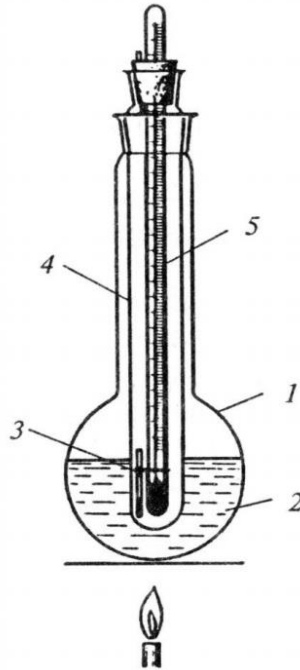
Температуру плавлення органічної кристалічної речовини можна визначити в капілярі, якій витягують із скляної трубки, із внутрішнім діаметром 1 мм і висотою 40-50 мм. Один кінець капіляра запаюють, обережно нагріваючи на полум'ї пальника.

Перекристалізовану речовину ретельно розтирають на годинниковому склі або в ступці. Відкритим кінцем капіляра набирають у нього трохи речовини і кидають його запаєним кінцем донизу в скляну трубку довжиною 80-90 см, поставлену вертикально на лабораторній стіл. Цю операцію наповнення капіляра повторюють кілька разів, доки в ньому не утвориться щільний стовпчик речовини висотою – 5-10 мм (в середньому 7 мм).

Наповнений капіляр закріплюють гумовим кільцями на термометрі так, щоб проба речовини перебувала на рівні кульки термометра.

Температуру плавлення речовин, які сублімуються, визначають у капілярі, запаяному з обох кінців.

Найпростіший прилад для визначення температури плавлення складається з довгогорлої круглодонної колби і встановленої в неї широкої пробірки, куди вміщують термометр з капіляром (рис. 37).



**Рисунок 37** – Прилад для визначення температури плавлення:

- 1 – одностороння круглодонна колба; 2 – нагрівача суміш (теплоносія);
- 3 – кріплення на термометрі капіляра з досліджуваною речовиною;
- 4 – пробірка; 5 – термометр з капіляром, вміщений у пробірку

Найчастіше на шліфованих частинах пробірки та на горлі самої колби бувають отвори, які при складанні приладу слід сумістити, для того щоб внутрішня частина приладу сполучалася з атмосферою. Якщо ці отвори відсутні, в гумовій пробці треба зробити поздовжній виріз.

У колбу наливають 1/2 об'єму теплоносія (сульфатної кислоти, силіконового масла, дибутилфталату). Прилади з такими теплоносіями можна нагрівати лише до температури 250 °С і працювати з ними треба в захисних окулярах. Температуру плавлення понад 250 °С визначають без заливання рідини в колбу. Якщо речовина при температурі понад 300 °С плавиться, як теплоносієм використовують суміші калію або натрію азотнокислого (відповідно 54,5% і 45,5%). Коли відомо, що температура плавлення речовини нижча 100 °С, як теплоносієм використовують воду.

Після того як прилад зібраний (див. рис. 37), повільно нагрівають його на сітці маленьким полум'ям і уважно стежать за підвищенням температури та станом стовпчика речовини в капілярі, зазначаючи при цьому всі його зміни – забарвлення, розкладення, спікання, намокання. Початком плавлення вважають

виникнення першої крапки в капілярі, а закінченням – зникнення останніх кристаликів речовини.

Спочатку можна приблизно визначити температуру плавлення речовини. Для цього на кульку термометру насипають трохи речовини і, тримаючи термометр у горизонтальному положенні, повільно нагрівають до розплавлення проби, стежачи за показаннями термометра. Точність цього способу – 2-3 °С.


Багато органічних сполук плавляться з розкладанням, яке супроводжується потемнінням речовини, виділенням газів. Температуру розкладання не завжди можна чітко визначити. Легкі органічні речовини при сильному нагріванні обвуглюються.

## Лекція 9

### ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ КИПІННЯ

#### План

1. Характеристика процесу визначення температури кипіння.
2. Особливості проведення визначення температури кипіння.

 **Основні поняття:** температура кипіння, метод Сиволобова, метод Еміха.



#### 1. Характеристика процесу визначення температури кипіння

**Температура кипіння** – температура, при якій тиск пари рідини дорівнює зовнішньому тиску.

При цьому показники термометра залишаються сталими. Ця температура залежить від молекулярної маси та будови рідини, якщо вона не є чистою речовиною.

Кипіння рідини в широкому діапазоні температури свідчить про наявність суміші рідин.

При визначенні температури кипіння слід пам'ятати про поправку на відхилення від нормального тиску. Для багатьох речовин у довідковій літературі є таблиця поправок температур кипіння при різних тисках для приведення їх до 760 мм рт. ст.

Якщо ж таблиць немає, можна обчислити поправку на відхилення від атмосферного тиску виходячи з того, що температура кипіння багатьох речовин при 760 мм рт. ст. змінюється приблизно на 3/80 зі зміною тиску на 1 мм рт. ст.

Якщо тиск А, при якому визначають температуру кипіння, менший 760 мм рт. ст., поправка на відхилення:

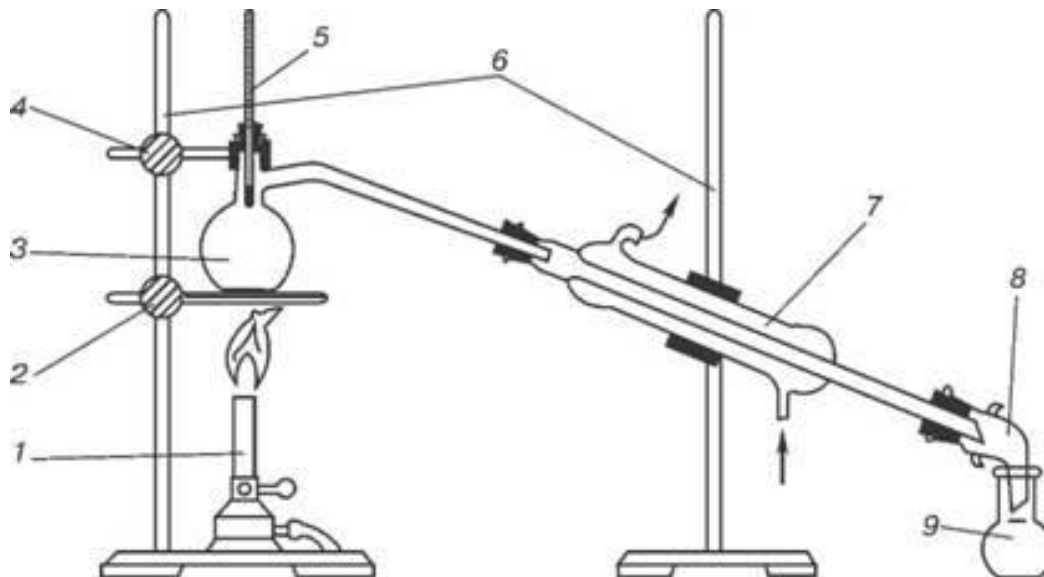
$$n_1 = 3 / 80 (760 - A).$$

Якщо тиск А при якому визначають температуру кипіння, вищий за 760 мм рт. ст., поправка на відхилення:

$$n_1 = 3 / 80 (A - 760).$$

## 2. Особливості проведення визначення температури кипіння

Найпростіший спосіб визначення температури кипіння – прилад для простої перегонки (рис. 38).



**Рисунок 38** – Прилад для простої перегонки рідких низькокиплячих речовин:

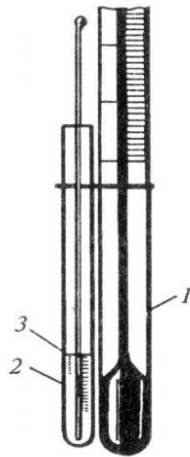
- 1 – пальник Бунзена; 2 – кільце з затискачем; 3 – перегінна колба (колба Вюрца); 4 – лапка з затискачем; 5 – термометр; 6 – штативи;  
7 – холодильник Лібіха; 8 – алонж; 9 – колба-приймач

Рідину, температуру кипіння якої необхідно визначити, наливають у круглодонну колбу до 1/4 об'єму. Кулька термометра повинна бути розташована на невеликій відстані від поверхні рідини. Якщо ж визначають температуру кипіння розчину, кульку термометра занурюють у рідину.

Щоб уникнути сильного перегрівання рідини, для нагрівання застосовують відповідні бані. Різницю температур початку і кінця кипіння для чистих речовин, як уже зазначалося, не перевищує 0,5 °С.

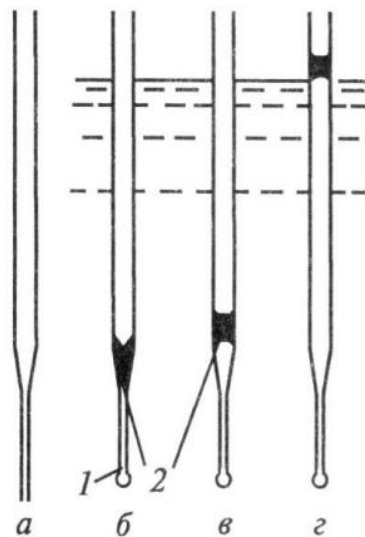
При роботі з малою кількістю речовини використовують **метод Сиволобова**: 0,5 мл досліджуваної рідини наливають у скляну трубку діаметром 3-4 мм і довжиною 4-5 см, запаяну з одного кінця (рис. 39). У неї вставляють капіляр діаметром 0,2-0,5 мм і довжиною 7-10 см запаяний з верхнього кінця. Трубку прикріплюють до термометра і вміщують у прилад, який використовують для визначення температури плавлення. При повільному нагріванні спочатку спостерігається слабке, а потім і бурхливе виділення пухирців пари з капіляра. Температурою кипіння вважають показання термометра в ту мить, коли починається бурхливе утворення пухирців. Похибки цього методу становлять +5 °С.





**Рисунок 39** – Визначення температури кипіння за методом Сиволобова:  
1 – термометр; 2 – скляна трубка; 3 – місце запаювання капіляру

**Метод Еміха.** Температуру кипіння визначають у трубці з відтягнутим капіляром (2 см) (**рис. 40 а**). У капіляр поміщають краплю досліджуваної речовини, а потім кінець капіляра запаюють так, щоб на кінці залишався невеликий пухирець повітря (**рис. 40 б**). Капіляр поміщають в прилад для визначення температури плавлення і нагрівають. При цьому пухирець повітря розширюється і піднімає краплю речовини вгору по капіляру (**рис. 40 в**). Температуру кипіння фіксують у момент досягнення краплею речовини рівня рідини в нагрівальній бані (**рис. 40 г**).



**Рисунок 40** – Визначення температури кипіння за методом Еміха:  
1 – пухирець повітря; 2 – речовина, яку досліджують; а – трубка з капіляром;  
б – запаятий капіляр з речовиною; в – пухирець повітря, який при нагріванні піднімає речовину; г – крапля речовини на рівні рідини в бані (температура кипіння)


Для обох методів точність визначення температури кипіння складає приблизно  $\pm 1-2$  °С.

## Лекція 10

## ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ РІДИН

## План

1. Характеристика поняття густина розчинів.
2. Особливості визначення густини рідини: за допомогою пікнометра.
3. Особливості визначення густини рідини: за допомогою ареометра.

 **Основні поняття:** густина розчинів, пікнометр, ареометр.



## 1. Характеристика поняття густина розчинів

Густина є однією з важливих констант чистих органічних рідин, яка залежить від температури. Найчастіше визначають відносну густину рідин за водою, густина якої при температурі 4 °С наближається до 1 г/см<sup>3</sup> ( $\rho = 0,999997$  г/см<sup>3</sup>).

## 2. Особливості визначення густини рідини: за допомогою пікнометра

Для визначення густини рідин використовують чистий, сухий пікнометр об'ємом 1-2 мл або 50 мл (рис. 41). Спочатку визначають «водну константу» – маса води в об'ємі пікнометра при температурі 20 °С, яка приведена до маси води при 4 °С (температура, при якій вода має максимальну густину).

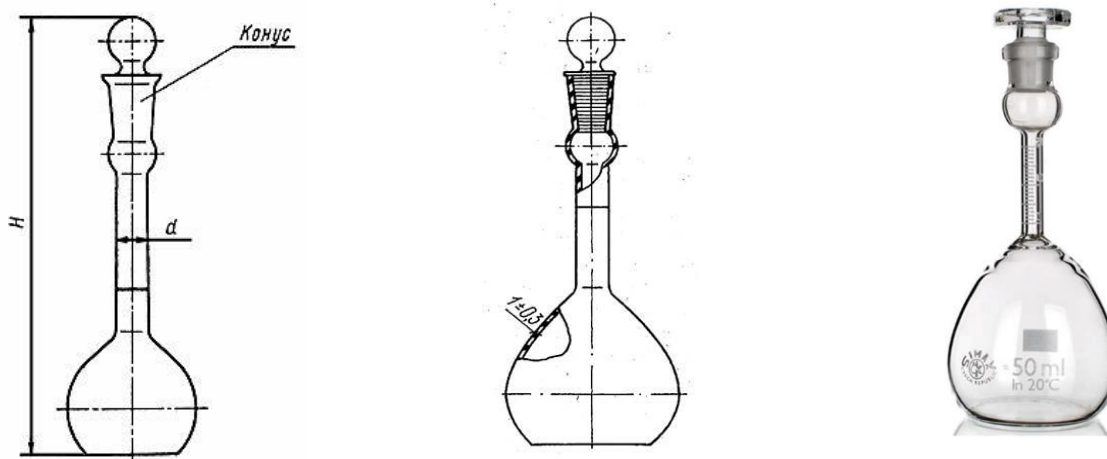


Рисунок 41 – Пікнометр Рейсшауера

## Роботу проводять у такій послідовності:

- а) пікнометр послідовно миють ацетоном, спиртом, ефіром; потім висушують у сушильній шафі або продуванням повітря за допомогою гумової груші, на якій закріплена капілярна трубочка;
- б) сухий пікнометр зважують на аналітичних терезах (мл);
- в) для вилучення розчиненого у воді повітря 30-50 мл дистильованої води кип'ятять у стакані протягом 10-15 хв.;

г) після охолодження до кімнатної температури дистильовану воду за допомогою піпетки і гумової груші наливають у пікнометр на 0,3-0,5 см вище позначки, нанесеної на шийку;

д) пікнометр з дистильованою водою закріплюють у стакані з водою для термостатування за температури 20 °С. Пікнометр занурюють у воду так, щоб рівень води в стакані був вищим за рівень води в пікнометрі. Термостатування у воді проводять протягом 20 хв. Для підтримання необхідної температури в стакані для термостатування в нього додають підігріту воду або кусочки льоду;

е) рівень води в пікнометрі доводять до позначки, не виймаючи його із стакана для термостатування. Надлишок води з пікнометра забирають за допомогою капіляра або шматочків фільтрувального паперу. Потім верхню частину шийки пікнометра і шліф старанно протирають сухими смужечками фільтрувального паперу;

ж) пікнометр закривають пробкою, виймають із стакана для термостатування, старанно витирають його поверхню фільтрувальним папером і залишають біля аналітичних терезів на 20-30 хв., потім пікнометр з водою зважують ( $m_2$ );

з) визначають масу води в пікнометрі при температурі 20 °С:

$$m_2 - m_1;$$

к) визначають масу води в пікнометрі при температурі 4 °С («В») – «водне число» за пропорцією:

$$\begin{aligned} & \text{маса води в пікнометрі (t = 20 °С) / В =} \\ & = \text{густина води в пікнометрі (t = 20 °С) / густина води (t = 4 °С)} \end{aligned}$$

Густина води за температури 20 °С = 0,99823 г/см<sup>3</sup>, за 4 °С = 0,999997 г/см<sup>3</sup>.

$$B = (m_1 - m_2) \cdot 0,999997 \text{ г/см}^3 / 0,99823$$

Водна константа В є постійною для даного пікнометра.

Після визначення водної константи пікнометр висушують, заливають рідину, що досліджують, і відповідно до методики визначають масу цієї речовини в пікнометрі ( $m_4 - m_3$ ).

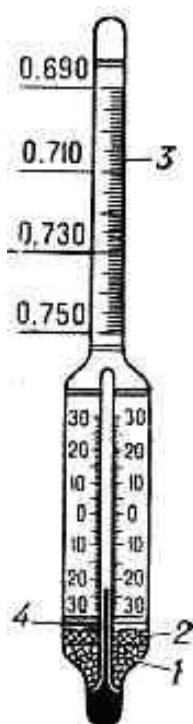
Відносна густина органічної речовини, що досліджують, г/см<sup>3</sup>:

$$\rho_4^{20} = m_4 - m_3 / B,$$

де:  $m_3$  – маса порожнього пікнометра;  $m_4$  – маса пікнометра з органічною сполукою

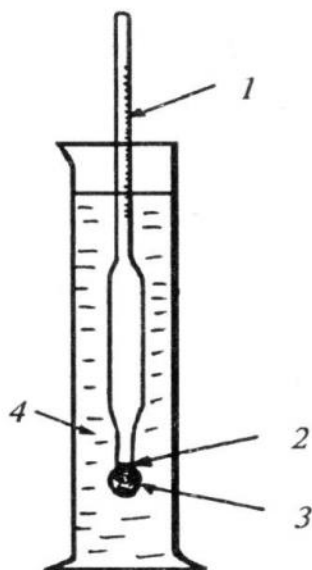
### 3. Особливості визначення густини рідини: за допомогою ареометра

Ареометри (рис. 42) застосовують для швидкого визначення відносної густини рідини. У нижній частині ареометра знаходиться кулька, заповнена баластом (дробом) (рідше ртуттю). Шкали ареометрів градууються в одиницях густини, при визначенні концентрації розчинів, у відсотках (за об'ємом або масою).

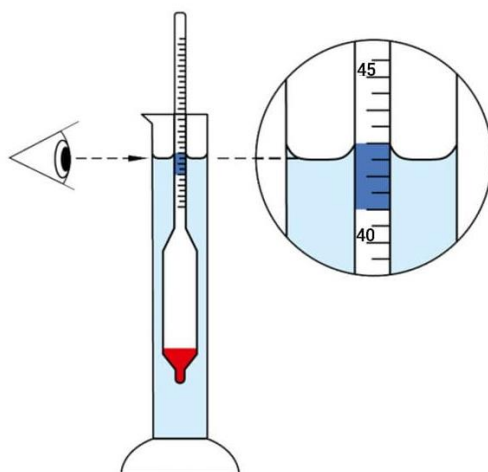


**Рисунок 42** – Ареометр: 1 – баласт (дроб); 2 – маса, яка зв'язує баласт;  
3 – шкала густини ареометра; 4 – шкала термометра ареометра

Для визначення відносної густини рідину наливають у широкий циліндр і обережно занурюють у неї ареометр (рис. 43). Ареометр не повинен торкатися стінок циліндра. Чим більше відносна густина рідини, тим менше в неї занурений ареометр. Значення відносної густини показують розподіли на шкалі, проти якого встановлено рівень рідини.



або



**Рисунок 43** – Визначення густини речовини за допомогою ареометра:  
 1 – шкала густини ареометра; 2 – маса, яка зв'язує баласт; 3 – баласт (дроб);  
 4 – циліндр з рідиною, що досліджують

Прилад не повинен торкатися стінок циліндра. Чим більше відносна густина рідини, тим менше в неї занурений ареометр. Значення відносної густини показують розподіли на шкалі, проти якого встановлено рівень рідини.

## Лекція 11

### ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКА ЗАЛОМЛЕННЯ

#### План

1. Характеристика показника заломлення.
2. Особливості роботи на рефрактометрі.

 **Основні поняття:** показник заломлення, молекулярна рефракція.



## 1. Характеристика показника заломлення

**Показник заломлення** – характеристика речовини; його використовують для ідентифікації речовини та перевірки її чистоти.

Найчастіше показник заломлення визначають при температурі 20 °С.

Показник заломлення визначається з точністю до четвертого знаку після коми.

З підвищенням температури, показник заломлення зменшується.

При підвищенні температури на 1 °С показник заломлення зменшується на 3-4 одиниці в четвертому знаку.

У технічній літературі показник заломлення подається для спектральної лінії жовтого натрієвого полум'я D.

При написанні показника заломлення індексами позначають температуру (зверху) і довжину хвилі (знизу) ( $n_{D}^{20}$ ).

**Молекулярна рефракція** – характерна рефрактометрична константа, яка в більшості випадків не змінюється при зміні температури, тиску й агрегатного стану.

**Молекулярна рефракція** – адитивна величина, що складається з атомних та іонних рефракцій, які обчислюють для окремих атомів, груп атомів та іонів.

За значенням молекулярної рефракції визначають радіуси іонів, поляризованість атомів, ефективний заряд їх ядер.

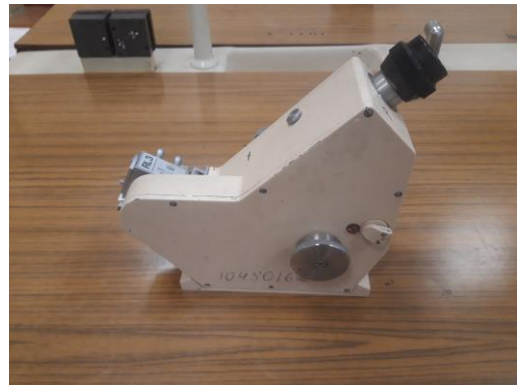
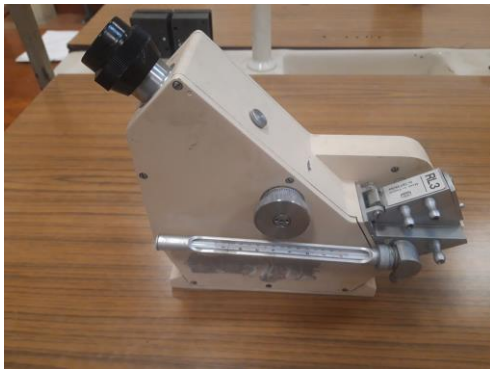
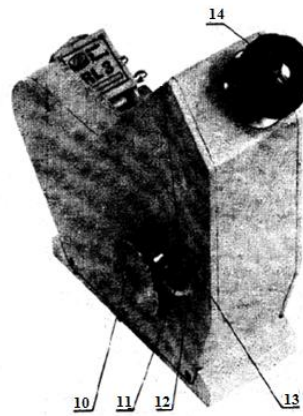
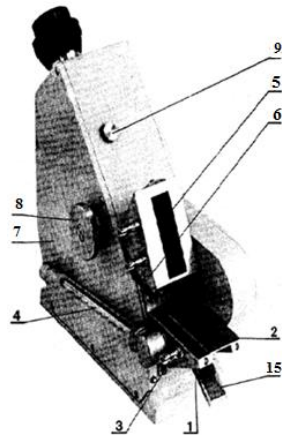
В органічній хімії молекулярна рефракція широко застосовується для встановлення будови органічних сполук, характеру зв'язків, обчислення частки різних форм (цис- і транс- форм) в суміші таутомерів та ін.

$$MR_D = n^2 - 1 / n^2 + 1 \cdot Mr / \rho$$

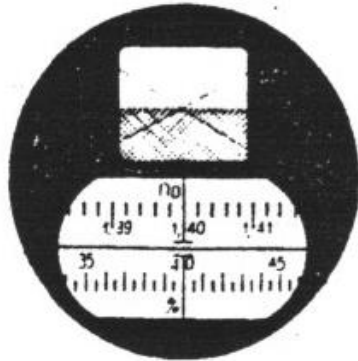
де:  $n$  – показник заломлення;  $Mr$  – відносна молекулярна маса речовини;  $\rho$  – густина речовини.

## 2. Особливості роботи на рефрактометрі

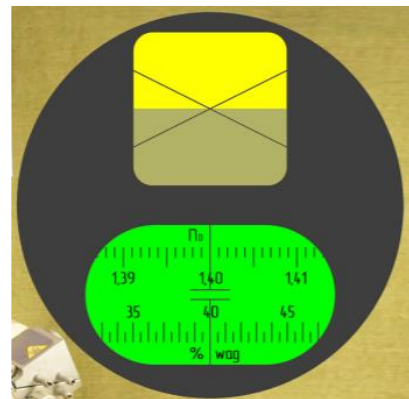
Перед початком роботи студент повинен познайомитись з інструкцією роботи на рефрактометрі та ознайомитись з особливостями будови рефрактометра RL-3 (рис. 44).



а



44



б

**Рисунок 44** – Загальний вид рефрактометра RL-3: а – зовнішня будова рефрактометра 1 – рефрактометрична призма в корпусі; 2 – вимірювальна площа; 3 – з'єднувачі; 4 – ртутний термометр; 5 – верхня призма; 6 – закріплений в петлях корпус; 7 – корпус рефрактометра; 8 – тумблер; 9 – гвинт; 10 – поворот тумблера; 11 – пласке дзеркало; 12 – поворотна оправа, що відхиляється; 13 – жовто-зелений фільтр; 14 – окуляр; 15 – дзеркало; б – зображення в окулярі, при визначенні показника заломлення і шкали значень показника заломлення

## Лекція 12, 13

## ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

## План

1. Розчини. розчинність. Способи вираження концентрації розчинів.
  - 1.1 Розчини. Розчинність речовини.
  - 1.2 Способи вираження концентрації розчинів.
2. Техніка приготування і зберігання приблизних розчинів.
  - 2.1 Приготування розчинів солей.
  - 2.2 Приготування розчинів лугів.
  - 2.3 Приготування розчинів кислот.
3. Техніка приготування і зберігання точних розчинів.
  - 3.1 Приготування розчинів з фіксаналів.



**Основні поняття:** насичений розчин, ненасичений розчин, перенасичений розчин, концентровані розчини, розведені розчини, водні розчини, неводні розчини, приблизні розчини, точні розчини, еквівалент, титр, фіксанал.



## 1. Розчини. розчинність. Способи вираження концентрації розчинів

### 1.1 Розчини. Розчинність речовини

Розчини різноманітних речовин у воді та органічних рідинах знаходять у лабораторній практиці широке застосування, і при цьому лаборанту або студенту, під час лабораторної роботи з будь-якої дисципліни, якщо це необхідно за методикою, або великого практикуму з аналітичної хімії або з хімії харчових продуктів; під час виконання кваліфікаційної роботи магістра, необхідно вміти приготувати різні розчини.

**Насичений розчин** – розчин, в якому речовина за даних умов більше не розчиняється.

**Ненасичений розчин** – розчин, у якому вміст розчиненої речовини менший, ніж у насиченому розчині за даної температури.

**Перенасичений розчин** містить розчиненої речовини більше, ніж насичений за даної температури. Перенасичені розчини нестабільні і за найменшого впливу досить легко переходять у насичені з вивільненням надлишку розчиненої речовини (надлишок розчиненої речовини переходить в осад). Ці розчини застосовують для очищення речовин методом перекристалізації та вирощення кристалів.

**Концентровані розчини** – розчини, в яких кількості розчиненої речовини і розчинника виражені певними величинами.

**Розведені розчини** – розчини, в яких вміст розчиненої речовини значно менший, ніж вміст розчинника.

Розрізняють розчини:



1. За агрегатним станом: рідкі, тверді, газоподібні.
2. За розчинністю: насичені, ненасичені, перенасичені.
3. За вмістом розчиненої речовини: концентровані, ненасичені або розведені.

**Розчинність (коефіцієнт розчинності)** – здатність речовини розчинятися у воді або іншому розчиннику. Розчинність виражають максимальною кількістю г речовини, яку можна розчинити в 100 г розчинника при даній температурі.

**Розчинність речовини** – здатність речовини переходити у розчин. Розчинність дорівнює концентрації речовини у насиченому розчині. Розчинність залежить від природи розчиненої речовини і розчинника та зовнішніх чинників – температури і тиску.

Не всі речовини розчиняються однаково добре в будь-якій рідині, тобто розчинність різних речовин в тих або інших розчинниках різна. Розчинність виражають у кількості речовини в 1 л розчинника.

Розрізняють:

- **розчинні речовини** (розчинність речовини більше 1 г у 100 г води);
- **малорозчинні речовини** (розчинність речовини від 0,1 г до 1 г у 100 г води);
- **нерозчинні речовини** (розчинність речовини менше 0,1 г у 100 г води).

Розчинність твердих речовин збільшується із збільшенням температури, Під час приготування розчинів в багатьох випадках необхідне нагрівання.

Властивості розчинів завжди відрізняються від властивостей розчинника.

Розчин кипить при більш високій температурі, ніж чистий розчинник. Температура затвердіння, навпаки, в розчина нижча, ніж у розчинника.

Розчини, за характером розчинника, який взяли, розрізняють **водні** (більшість розчинів солей, кислот та лугів; **неводні** (розчини речовин в таких органічних розчинниках, як етиловий спирт, ефір, ацетон, бензен, хлороформ та інші).

Кожний розчин характеризується концентрацією розчиненої речовини, кількістю речовини, яка міститься у визначеній кількості розчину.

Розрізняють **приблизні** та **точні розчини**. Концентрації приблизних розчинів виражаються у відсотках. Концентрації точних розчинів виражаються в молях на 1 л речовини, еквівалентах на 1 л речовини, титром.

## 1.2 Способи вираження концентрації розчинів

Існують різні **способи вираження концентрації розчинів**.

Найчастіше використовується **масова частка розчиненої речовини (відсоткова концентрація)**, яка показує, скільки г розчиненої речовини міститься в 100 г розчину, що обчислюється за формулою:

$$C\% = \frac{m_{\text{речовини}}}{m_{\text{речовини}} + m_{\text{розчинника}}} \cdot 100\% ;$$

звідки

$$m_{\text{речовини}} = \frac{c\% \cdot m_{\text{розчину}}}{100} (г)$$

$$m_{\text{розчину}} = \frac{m_{\text{речовини}} \cdot 100}{c\%} (г)$$

Відсоткові розчини виражаються масовою часткою речовини в розчині (у %), тобто числом г речовини в 100 г розчину.

**Наприклад**, 5%-ий розчин солі, містить 5 г речовини в 100 г розчину.

**Молярна концентрація ( $C_M$ )** – показує, скільки моль розчиненої речовини міститься в 1 л розчину і дорівнює відношенню кількості розчиненої речовини до об'єму розчину ( $V$ ):

$$C_M = \frac{m_{\text{речовини}}}{M \cdot V} (\text{моль} / \text{л}),$$

звідки

$$m_{\text{речовини}} = C_M \cdot M \cdot V (г)$$

$$V = \frac{m_{\text{речовини}}}{C_M \cdot M} (\text{л})$$

**Одномолярні розчини** містять 1 моль речовини в 1 л розчину, **двомолярні розчини** – 2 моль речовини і т.і.

**Наприклад**, для того, щоб установити, скільки даної речовини міститься в 1 л розчину заданої молярної концентрації, необхідно розрахувати її молярну масу.

**Молярна маса** – маса речовини, яка взята в кількості 1 моль, та кількісно дорівнює його відносній молекулярній масі.

**Наприклад**, молекулярна маса  $\text{NaCl} = 58,5$ , молярна маса складає 58,5 г/моль. Таким чином, 1 М речовини  $\text{NaCl}$  містить 58,5 г  $\text{NaCl}$  в 1 л розчину.

**Молярна концентрація еквівалента** (нормальна концентрація –  $C_N$ ) показує, скільки моль-еквівалентів речовини міститься в 1 л розчину і визначається за формулою:

$$C_N = \frac{m_{\text{речовини}}}{M_{\text{екв}} \cdot V}, (\text{моль-екв.} / \text{л}),$$

звідки

$$m_{\text{речовини}} = C_N \cdot M_{\text{екв}} \cdot V, (г)$$

$$V_{\text{розчину}} = \frac{m_{\text{речовини}}}{M_{\text{екв}} \cdot C_N}, \text{ (л)}$$

Молярні маси еквівалентів визначають за формулою:

$$M_{\text{екв. речовини}} = \frac{M}{E},$$

де:  $M$  – молярна маса речовини;

$E$  –  $n$ -валентність (для елементів); основність (для кислот); кислотність (для основ); заряд атома металу  $x$  кількість атомів металу (для солей)

**Наприклад,**

– якщо в 1 л розчину знаходиться 0,1 еквівалент речовини, то він називається **децинормальним**; позначається **0,1 н**;

– якщо розчин містить 0,01 еквівалент речовини в 1 л розчину, то він **сантинормальний**; позначається **0,01 н**.

**Еквівалент** – кількість, яка з'єднується з 1 атомом Гідрогену або заміщає ту ж кількість атомів Гідрогену в хімічних реакціях.

**Еквівалент складної сполуки** – це така її кількість, яка в даній реакції відповідає (еквівалентно) 1 Гідрогену.

**Еквівалентна маса** – маса 1 еквівалента елемента.

**Еквівалент елемента** дорівнює:

$$E_{\text{елемента}} = M / CO$$

де:  $M$  – мольна маса елемента;  $CO$  – ступінь окиснення елемента (валентність) у сполуці

**Еквівалент кислоти** дорівнює:

$$E_{\text{кислоти}} = M / x,$$

де:  $M$  – мольна маса кислоти;  $x$  – основність кислоти

**Еквівалент основи** дорівнює:

$$E_{\text{основи}} = M / y,$$

де:  $M$  – мольна маса основи;  $y$  – кислотність основи

**Еквівалент солі** дорівнює:

$$E_{\text{солі}} = M / z \cdot x,$$

де:  $M$  – мольна маса солі;  $z$  – валентність катіону металу;  $x$  – кількість атомів катіону в сполуці

**Наприклад:**

– еквівалент Оксигену (O) дорівнює:

$$E_o = 16 / 2 = 8 \text{ г-екв};$$

– еквівалент карбонатної кислоти ( $H_2CO_3$ ) дорівнює:

$$E_{H_2CO_3} = 62 / 2 = 31 \text{ г-екв};$$

– еквівалент натрій гідроксиду ( $NaOH$ ) дорівнює:

$$E_{NaOH} = 40 / 1 = 40 \text{ г-екв};$$

– еквівалент кальцій хлориду ( $CaCl_2$ ) дорівнює:

$$E_{CaCl_2} = 111 / 2 \cdot 1 = 55,5 \text{ г-екв}.$$

## 2. Техніка приготування і зберігання приблизних розчинів

Для приготування розчинів слід використовувати чисті речовини та дистильовану воду. Необхідно підготувати хімічний посуд для приготування розчинів та посуд для їх зберігання. Посуд для приготування та зберігання розчинів повинен бути добре вимитим проточною і дистильованою водою, сухим.

Перед тим, як готувати розчин, необхідно розрахувати кількість розчиненої речовини та кількість розчинника.

При приготуванні приблизних розчинів кількість розчиненої речовини розраховують з точністю до десятих часток, значення молекулярних мас беруть до цілих чисел; при розрахунку кількості рідини частки мілілітра не враховують.

Техніка приготування розчинів різних речовин різна.

### Приготування приблизних розчинів

1. Зважують на технохімічних терезах наважку з точністю 0,1-0,01 г.
2. Розраховують масу розчинника, необхідного для приготування розчину необхідної концентрації. Розраховують об'єм розчинника, виходячи з його маси і густини.
3. Відміряють за допомогою мірного циліндра необхідний для приготування розчин об'єм рідини.
4. Переносять речовину, яку зважили, в хімічний стакан (або в плоскодонну колбу). При цьому обов'язково промивають хімічний стакан для зважування рідиною із циліндра і переливають в хімічний стакан залишок рідини.
5. Розчиняють наважку речовини, в розрахованій кількості рідини, перемішують за допомогою скляної палички.
6. Для прискорення розчинення хімічний стакан з розчином можна підігріти.

Приготовані розчини зберігають у бутелях відповідного об'єму з підбіраною пробкою. Найкраще зберігати розчини у бутелях з притертою

пробкою. Наприклад, є розчини лугів, які не можна закривати скляними притертими пробками.

Розчини лугів не можна зберігати в звичайних скляних банках довгий час, так як проходить вилуговування скла. При цьому бутель для зберігання розчину лугів покривають всередині парафіном. Бутель закривають хлоркальцієвою трубкою, яка заповнена натрієвим вапном для захисту від карбон (IV) оксиду.

Якщо розчин готується в невеликій кількості, який буде використаний впродовж одного дня, його не обов'язково переливати в бутель, а можна залишити в мірній колбі. На бутель, в якому буде зберігатися розчин, приклеюють етикетку, де вказують, який розчин в ньому знаходиться і коли він був приготовлений.

**Наприклад,** калію нітрат,  $\text{KNO}_3$ , 10%-й розчин, 07.05.2024.

Якщо розчин приготовлений для використання впродовж дня, на колбі необхідно написати (спеціальним восковим олівцем) формулу розчиненої речовини та концентрацію розчину, **наприклад,**  $\text{HCl}$  5%.

## 2.1 Приготування розчинів солей

Для приготування розчинів солей необхідно зробити розрахунки, наприклад, необхідної кількості солі, а потім кількості води; або необхідної кількості безводної солі, а потім необхідної кількості кристалогідрату солі та кількості води.

На технохімічних терезах відміряють необхідну кількість солі та переносять її в колбу або хімічний стакан, в якому буде проходити розчинення.

Відміряють спочатку певний об'єм води в мл, за розрахунками. Енергійним помішуванням досягають повного розчинення взятої наважки. Інколи для цього необхідне нагрівання. Після розчинення наважки додають останню кількість води.

Якщо розчин мутний, його відфільтровують через складчастий фільтр в підготовлений бутель або колбу.

### *Приклад 1*

Необхідно приготувати 1,5 кг 15%-ого розчину натрію хлориду ( $\text{NaCl}$ ).

### *Розв'язання*

1. Необхідно розрахувати кількість солі ( $\text{NaCl}$ ) відповідно до пропорції:

$$100 \text{ г розчину} - 15 \text{ г NaCl}$$

$$1500 \text{ г розчину} - x \text{ г NaCl}$$

$$x = 15 \cdot 1500 / 100 = 225 \text{ г NaCl}$$

Розрахунок показує, що в 1500 г розчину міститься 225 г солі ( $\text{NaCl}$ ).

2. Необхідно розрахувати кількість води:  $1500 \text{ г} - 225 \text{ г} = 1275 \text{ г H}_2\text{O}$ .

**Примітка.** Якщо необхідно приготувати 1,5 л того ж самого розчину, тоді в цьому випадку за довідником шукають його густину, останню

помножують на необхідний об'єм і таким чином розраховують масу розчину. Густина 15%-ого розчину NaCl при 15 °C дорівнює 1,184 г/см<sup>3</sup>. Тобто,  $1500 \cdot 1,184 = 1776$  г розчину.

За пропорцією:

$$100 \text{ г розчину} - 15 \text{ г NaCl}$$

$$1776 \text{ г розчину} - x \text{ г NaCl}$$

$$x = 15 \cdot 1776 / 100 = 266,4 \text{ г NaCl}$$

Тобто, кількість речовини для приготування 1,5 кг і 1,5 л розчину різні.

### **Приклад 2**

Необхідно приготувати 2 кг 10%-ого розчину натрію сульфату (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) використовуючи кристалогідрат Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · 10 H<sub>2</sub>O.

### **Розв'язання**

1. Молекулярна маса Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> складає 142,04 г/моль; молекулярна маса Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · 10 H<sub>2</sub>O складає 322,2 г/моль.

2. Необхідно розрахувати кількість солі (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) відповідно до пропорції:

$$100 \text{ г розчину} - 10 \text{ г Na}_2\text{SO}_4$$

$$2000 \text{ г розчину} - x \text{ г Na}_2\text{SO}_4$$

$$x = 10 \cdot 2000 / 100 = 200 \text{ г Na}_2\text{SO}_4$$

3. Необхідно розрахувати кількість кристалогідрату (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · 10H<sub>2</sub>O) відповідно до пропорції:

$$142,04 \text{ г/моль Na}_2\text{SO}_4 - 322,2 \text{ г/моль Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$$

$$200 \text{ г Na}_2\text{SO}_4 - x_1 \text{ г Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$$

$$x_1 = 200 \cdot 322,2 / 142,04 = 453,7 \text{ г Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$$

4. Необхідно розрахувати кількість води:  $2000 \text{ г} - 453,7 \text{ г} = 1546,3 \text{ г H}_2\text{O}$ .

**Примітка.** Так як розчин не завжди готують з перерахунком на сіль без води, тоді на етикетці, яку обов'язково наклеюють на посудину з розчином, необхідно вказати з якої солі був приготовлений розчин, наприклад, 10%-ий розчин Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, або 25%-ий розчин Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · 10H<sub>2</sub>O.

### **Приклад 3**

Необхідно розбавити 20%-ий розчин амоній сульфату ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) так, щоб отримати 2 л 5%-ого розчину амоній сульфату ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

### **Розв'язання**

1. За довідником шукають, що густина 5%-ого розчину (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> при 15 °C дорівнює 1,0287 г/см<sup>3</sup>. Тобто,  $2000 \cdot 1,0287 = 2057,4$  г розчину.

2. Відповідно до пропорції:

$$100 \text{ г розчину} - 5 \text{ г } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$$

$$2057,4 \text{ г розчину} - x \text{ г } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$$

$$x = 5 \cdot 2057,4 / 100 = 102,87 \text{ г } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$$

3. Необхідно розрахувати скільки необхідно взяти 20%-ого розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , щоб отримати 2 л 5%-ий розчин  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ .

$$100 \text{ г розчину} - 20 \text{ г } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$$

$$x_1 \text{ розчину} - 102,87 \text{ г } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$$

$$x_1 = 100 \cdot 102,87 / 20 = 514,35 \text{ г } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$$

4. Масу розчину необхідно перерахувати на його об'єм.

$$V = m / \rho$$

$$V = 514,35 / 1,1149 = 461,3 \text{ мл розчину } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$$

Враховуючи, що при відмірюванні можуть бути втрати, необхідно 462 мл і довести їх до 2 л, тобто додати до нього  $2000 - 462 = 1538 \text{ мл } \text{H}_2\text{O}$ .

☞ Розрахунки щодо **розбавлення розчинів** відбуваються в перерахунку на об'єм, так як рідини, особливо в великих кількостях, легше відміряти за об'ємом, чим зважити.

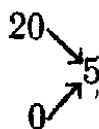
Необхідно пам'ятати, що при будь-якій роботі як з розчиненням, так і з розбавленням ніколи не слід виливати всю воду в посудину. Воду ополіскують декілька раз посудину, в якій проводили зважування відміряють необхідну речовину, і кожен раз додають цю воду в посудину для розчину.

Коли не має такої потреби щодо точності, при розбавленні розчинів або змішуванні їх для отримання розчинів іншої концентрації можна користуватися іншим і швидким способом.

**Наприклад,**

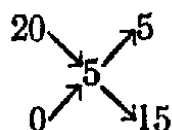
1. Розбавлення 20%-ого розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  до 5%-ого розчину.

Записують спочатку таким чином,



де: 20 – концентрація розчину, який є в наявності, 0 – вода і 5 – необхідна концентрація розчину, після розбавлення.

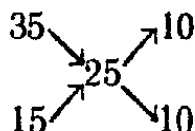
Необхідно від 20 відняти 5 і отримане значення записують в правому нижньому куті, віднімають нуль від 5, записують цифру в правому верхньому куті. Записують схему таким чином:



Тобто, необхідно взяти 5 об'ємів 20%-ого розчину і 15 об'ємів води.

2. Якщо змішати два розчини одного і того ж самого розчину, тоді схема зберігається, змінюються лише цифри.

Шляхом змішування 35%-ого розчину і 15%-ого розчину необхідно отримати 25%-й розчин.



Тобто, необхідно взяти по 10 об'ємів обох розчинів.

☞ Ця схема дає приблизні результати і нею можна користуватися тільки тоді, коли особливої точності не треба.

☞ Для хіміка дуже важливо виховати в собі звичку до точності в розрахунках.

## 2.2 Приготування розчинів лугів

Розрахунок кількості лугів, необхідної для приготування розчинів тієї чи іншої концентрації, проводять також, як було описано раніше для розчинів солей.

Тверді луги, особливо не дуже гарно очищені, містять багато домішок. Через це рекомендується відміряти луги на 2-3% більше розрахованої кількості.

Зважену на технохімічних терезах кількість лугу вміщують у велику фарфорову чашку або хімічний стакан. У посуд наливають таку кількість води, щоб розчин мав концентрацію 35-40%. Потім розчин залишають стояти до охолодження та випадання осаду. Осад може містити домішки (в основному карбонати), які не розчиняються в концентрованих розчинах лугів. Потім додають необхідну кількість води.

Розчин лугів не завжди вдається приготувати даної концентрації. Після приготування розчину необхідно визначити його густину за допомогою ареометру та за таблицею знайти відсоткову кількість лугів.

## 2.3 Приготування розчинів кислот

Найчастіше у лабораторіях використовують хлороводневу, сульфатну, оцтову та нітратну кислоти.

Технічні кислоти мають багато домішок, при цьому для аналітичних робіт використовують тільки чисті кислоти.

Розрахунки для приготування розчинів кислот інші, ніж при приготуванні розчинів солей та лугів, так як розчини кислот не є 100%-ими та містять воду.



Для приготування розчинів кислот необхідно зробити розрахунки, наприклад, враховувати густину %-их розчинів кислот, за табличними даними.

### Приклад 1

Необхідно приготувати 1 л 5%-ого розчину хлоридної кислоти, густина якої  $1,19 \text{ г/см}^3$ .

### Розв'язання

1. За довідником шукають, що густина 5%-ого розчину HCl при  $15^\circ\text{C}$  дорівнює  $1,024 \text{ г/см}^3$ . Тобто,  $1000 \cdot 1,024 = 1024 \text{ г}$  розчину HCl.

2. Необхідно розрахувати кількість хлоридної кислоти (HCl) відповідно до пропорції:

$$100 \text{ г розчину} - 5 \text{ г HCl}$$

$$1024 \text{ г розчину} - x \text{ г HCl}$$

$$x = 5 \cdot 1024 / 100 = 51,2 \text{ г HCl}$$

3. Кислота з густиною  $1,024 \text{ г/см}^3$  містить 37,28% HCl (за даними довідника). Необхідно розрахувати кількість цієї хлоридної кислоти (HCl) відповідно до пропорції:

$$100 \text{ г розчину} - 37,28 \text{ г HCl}$$

$$x_1 \text{ г розчину} - 51,2 \text{ г HCl}$$

$$x_1 = 100 \cdot 51,2 / 37,28 = 137,5 \text{ г HCl}$$

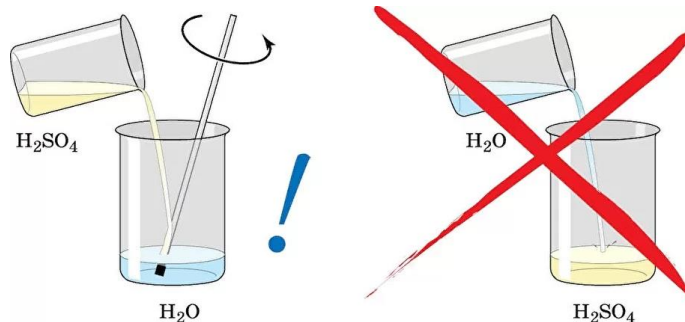
Масу хлоридної кислоти (HCl) необхідно перерахувати на її об'єм.

$$V = m / \rho$$

$$V = 137,5 / 1,19 = 115,5 \text{ мл HCl з густиною } 1,19 \text{ г/см}^3.$$

Відміряють 116 мл розчину хлоридної кислоти і доводять об'єм до 1 л.

☞ Аналогічно розбавляють сульфатну кислоту. При розбавлянні її слід пам'ятати, що необхідно **приливати кислоту до води**, а не навпаки.



Часто використовують розчини кислот, концентрація яких виражена  $1 : x$ , де  $x$  – ціле число, яке показує, скільки об'єму води необхідно взяти на один об'єм концентрованої кислоти.

**Наприклад**, розчин кислоти 1 : 5 означає, що при приготуванні розчину змішали 5 об'ємів води з 1 об'ємом концентрованої кислоти.

### **3. Техніка приготування і зберігання точних розчинів**

Концентрацію точних розчинів виражають у вигляді молярної, нормальної концентрації або титром. Ці розчини, звичайно, використовують при аналітичних роботах.

**Титр розчину** – концентрація розчину, яка виражається в кількості грамів розчиненої речовини в 1 мл розчину.

Точні розчин можна приготувати способом **за точно взятою наважкою**.

Таким способом можна готувати розчини багатьох солей, деяких твердих кристалічних кислот. Деякі солі готувати таким способом не можна.

Речовина, з якої буде виготовлятися точний розчин, повинна бути дуже чистою, практично не містити домішок. Склад її повинен точно відповідати формулі. Речовина не повинна бути гігроскопічною або швидко втрачати на повітрі кристалізаційну воду. Вона повинна бути стійкою у водному розчині. Якщо речовина не задовольняє цим потребам, приготувати з неї розчин за точно заданою концентрацією і за точно взятою наважкою неможливо.

Для приготування розчину діють таким чином.

Мірну колбу миють хромовою сумішшю, багато разів промивають проточною водою з-під крану, а потім 3-4 рази дистильованою водою.

На аналітичних терезах зважують на годинниковому склі або у бюксі розраховану наважку речовини, яка підлягає розчиненню і висипають її у мірну колбу через суху лійку. Пересипати треба обережно, щоб не розсипати повз колби ні однієї крупинки. Залишки з годинникового скла або з бюкса дуже ретельно промивають.

Потім вимивають внутрішні стінки лійки та зовнішню частину трубки, злегка піднімаючи її. Необхідно спостерігати за тим, щоб уся кількість води, використана для промивання скла або бюкса, а також лійки, займала не більше половини колби. Колбу закривають пробкою та обережним рухом (колбу не перевертають) перемішують вміст до тих пір, доки наважка повністю не розчиниться і доводять до мітки в мірній колбі водою.

**Приготовлені розчини не зберігають в мірних колбах**. Їх переливають у хімічний посуд та щільно закривають пробкою.

Якщо точний розчин треба перелити в бутель, діють наступним методом. Бутель, в який будуть переливати розчин, вимивають, промивають дистильованою водою, висушують. На кожному бутелі повинна бути етикетка з підписом речовини.

#### **3.1 Приготування розчинів з фіксаналів**

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).

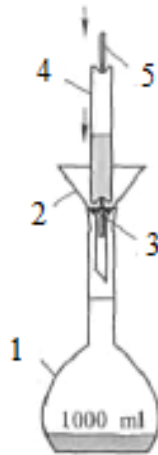
Випускають такі фіксанали:  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;  $\text{HCl}$ ;  $\text{NaOH}$ ;  $\text{KOH}$ ;  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ;  $\text{NaHCO}_3$ ;  $\text{NaCl}$ ;  $\text{KCl}$ ;  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ;  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ;  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ;  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ;  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{KMnO}_4$ ;  $\text{AgNO}_3$ ;  $\text{NH}_4\text{SCN}$ ;  $\text{KSCN}$ ;  $\text{NaSCN}$ ;  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ;  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ;  $\text{I}_2$ ;  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ;  $\text{BaCl}_2$ .

Із фіксаналів можна готувати також розчини солей та лугів. Необхідно пам'ятати, що фіксанали, які містять луки, придатні протягом певного часу.

Для розкривання ампул з фіксанали додаються спеціальні бойки (рис. 45).

Інформацію про об'єм 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 (рис. 45).



**Рисунок 45** – Приготування розчинів точної концентрації: 1 – мірна колба; 2 – воронка; 3 – нижній бойок; 4 – ампула з фіксаналом; 5 – верхній бойок

Для приготування розчинів точної концентрації, за допомогою фіксаналу необхідно:

1. У мірну колбу (1) об'ємом 1 л наливають невелику кількість води. 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).

2. У воронку вставляють спеціальний скляний бойок (4) (зазвичай додається до коробки з фіксаналами), сполоснутий дистильованою водою.

3. Ампулу (4) протирають спиртом, щоб видалити напис, і обмивають дистильованою водою. Потім її вставляють у воронку (2) так, щоб вона своїм тонким, втягнутим всередину дном торкалася бойка, підводять її та злегка ударяють об кінець бойка (3). Вміст ампули потрапляє через воронку в колбу. Збоку в ампулі є поглиблення, в якому пробивають отвір скляною паличкою із загостреним кінцем (верхній бойок) (5). 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.

4. Ополіскують воронку і бойок; потім піднімають воронку і обмивають зовнішню частину трубки воронки.

5. 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.

6. Обережно обертальним рухом перемішують вміст колби.


7. Дистильованою водою, доводять вміст колби до мітки так, як це було описано вище і перемішують вміст колби 12-15 разів.

## Лекція 14

### ТИПОВІ МЕТОДИ СИНТЕЗУ РЕЧОВИН

#### План

1. Способи одержання металів.
2. Способи одержання оксидів.
3. Способи одержання основ.
4. Способи одержання солей.

 **Основні поняття:** лужні, лужноземельні метали, кислотні оксиди, основні оксиди, амфотерні оксиди, однокислотні основи, багатокислотні основи, розчинні основи, малорозчинні основи, середні солі, кислі солі, основні солі, подвійні солі, змішані солі.



Пропонують таку класифікацію неорганічних речовин (рис. 46).

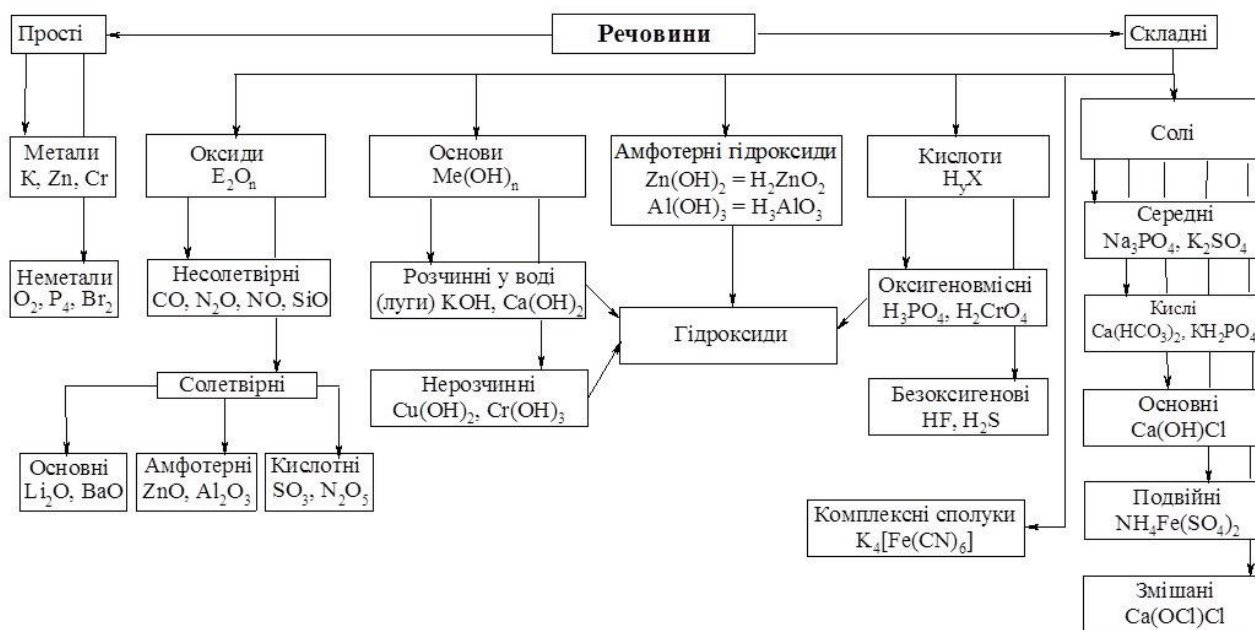


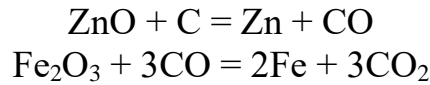
Рисунок 46 – Класифікація неорганічних речовин

#### 1. Способи одержання металів

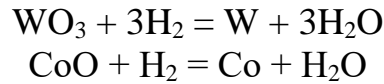
Існують декілька основних способів одержання металів:

1. Із оксидів металів:

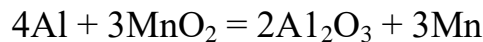
– Карбоном або карбон (IV) оксидом:



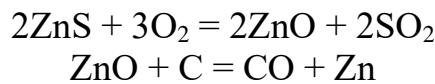
– гідрогеном:



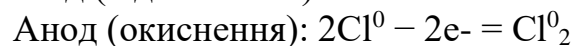
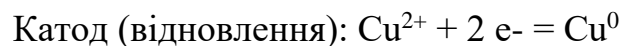
– алюмініотермія:



2. Випалюванням сульфідів металів, з утворенням оксидів і подальшим відновленням (наприклад, Карбоном):



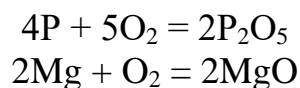
3. Електролізом розплавів солей:



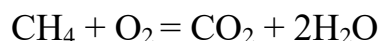
## 2. Способи одержання оксидів

Існують декілька основних способів одержання оксидів.

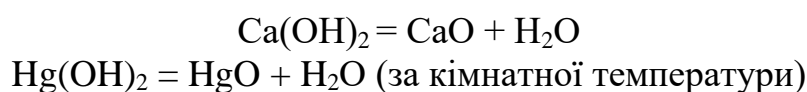
1. Взаємодія простих речовин з киснем. Більшість простих речовин під час нагрівання на повітрі або в кисні згоряють, утворюючи відповідні оксиди:



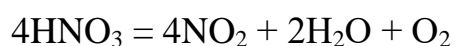
2. Взаємодія складних речовин з киснем, зокрема горіння органічних речовин:



3. Термічний розклад основ:

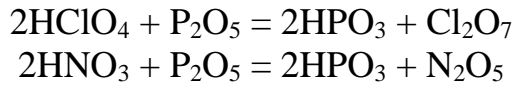


4. Термічний розклад кислот:

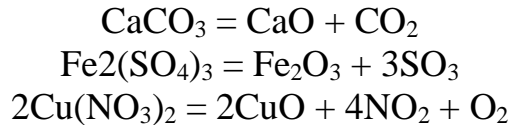




Іноді можна видалити воду з оксигеновмісних кислот шляхом дії на них  $\text{P}_2\text{O}_5$ :



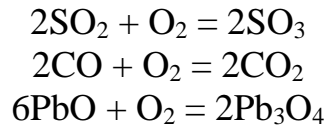
5. Термічний розклад солей. Більшість солей оксигеновмісних кислот під час нагрівання розкладається на оксид металу і кислотний оксид:



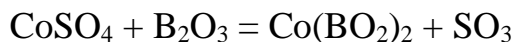
6. Розкладання оксидів. Якщо елемент виявляє змінні ступені окиснення, то оксид з меншим вмістом кисню можна отримати нагріванням оксиду, у якому цей елемент виявляє вищий ступінь окиснення:



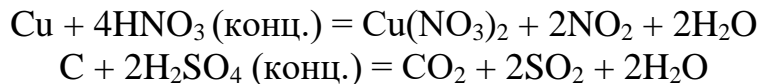
Вищі оксиди можна отримати окисненням нижчих оксидів:



7. Витіснення одних оксидів іншими. Цей спосіб придатний для отримання більш летких оксидів за допомогою менш летких:



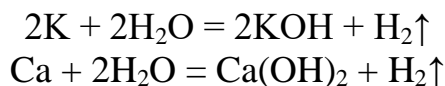
8. Взаємодія кислот-окисників з металами або неметалами. Нітратна і концентрована сульфатна кислоти під час взаємодії з відновниками утворюють оксиди, у яких нітроген та сульфур виявляють нижчий ступінь окиснення, ніж у вихідних кислотах:



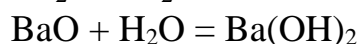
### 3. Способи одержання основ

Існують декілька основних способів одержання **основ**.

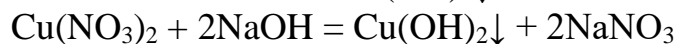
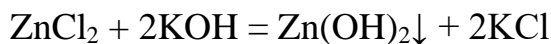
1. Взаємодія активних металів з водою. Лужні та лужноземельні метали за кімнатної температури реагують з водою, утворюючи луги:



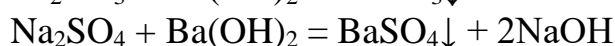
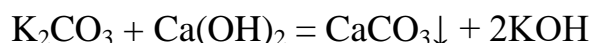
2. Безпосередня взаємодія основних оксидів з водою (тільки оксиди лужних і лужноземельних металів):



3. Взаємодія солей з лугами. Цей спосіб застосовують для отримання малорозчинних основ у воді:



Отримати цим способом розчинні основи можна лише тоді, коли утворюється нерозчинна сіль:



4. Електроліз розчинів солей. Цей спосіб частіше застосовують у промисловому виробництві лугів, для чого через водні розчини солей натрію або калію пропускають електричний струм.

Сумарне рівняння електролізу водного розчину натрій хлориду має вигляд:

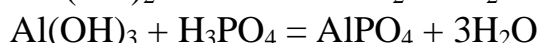
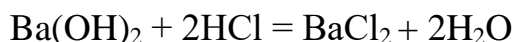


#### 4. Способи одержання солей

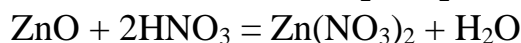
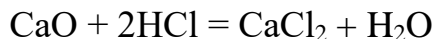
Існують декілька основних способів одержання **солей**.

Солі отримують багатьма способами.

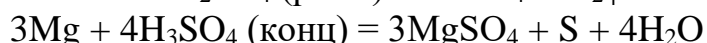
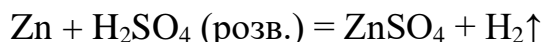
1. Взаємодією кислот з основами або амфотерними гідроксидами (реакція нейтралізації):



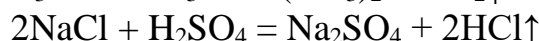
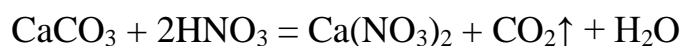
2. Взаємодією кислот з основними або амфотерними оксидами:



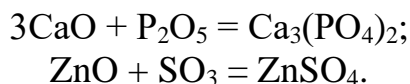
3. Взаємодією кислот з металами:



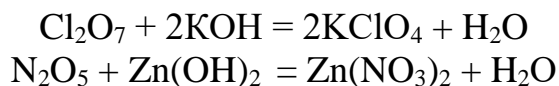
4. Взаємодією кислот з солями, внаслідок чого утворюються нова кислота і нова сіль. Для перебігу таких реакцій потрібно, щоб взята кислота була сильнішою або менш леткою:



5. Взаємодією кислотних оксидів з основними або амфотерними оксидами:



6. Взаємодією кислотних оксидів з основами або амфотерними гідроксидами:

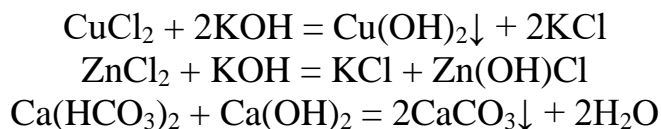


7. Взаємодією кислотних оксидів із солями (тільки у випадку, коли внаслідок реакції утворюється більш легкий оксид):

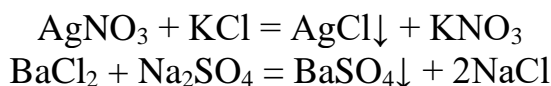


Зазвичай, такі реакції відбуваються у випадку сплавляння речовин, що реагують.

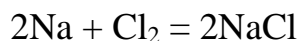
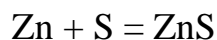
8. Взаємодією основ із солями. Цей спосіб застосовують для отримання не лише солей, а й основ, основних солей та переведення кислих солей у середні:



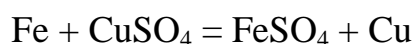
9. Взаємодією солей з іншими солями. Реакції відбуваються лише тоді, коли один з продуктів видаляється з реакційної системи (випадає в осад):



10. Взаємодією металів з неметалами. Таким способом отримують деякі солі безоксигенових кислот:



11. Взаємодією солей з металами. Реакція відбувається за умови, що метал міститься лівіше в електрохімічному ряду напруг, ніж метал, що є в складі солі. Іншими словами, активніший метал витісняє із солі менш активний:

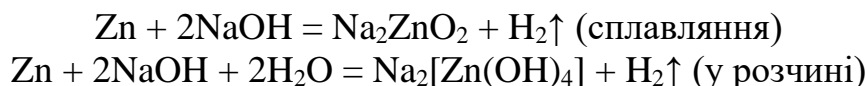


12. Взаємодією активних неметалів (галогени, сульфур) з лугами, у цьому разі одночасно утворюються дві солі – безоксигенова й оксигеновмісна:

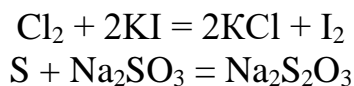




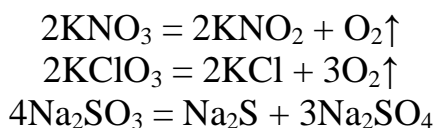
13. Взаємодією деяких металів, які утворюють амфотерні оксиди, з лугами у розплавах і розчинах:



14. Взаємодією неметалів з солями. Деякі неметали можуть реагувати з солями з утворенням нових солей:



15. Термічним розкладанням солей. Під час нагрівання деяких оксигеновмісних солей утворюються нові солі з меншим вмістом кисню або безкисневі:



16. Взаємодією сильних основ з амфотерними гідроксидами. Таким способом отримують комплексні солі:



17. Іншими способами, зокрема безводні солі можна отримати за такою реакцією:



## Лабораторна робота 1

### ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ПРИ ПРОВЕДЕННІ ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ

**Мета роботи:** ознайомитися з основними правилами техніки безпеки при проведенні хімічного експерименту і засвоїти ці правила.

#### Хід роботи

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

2. Поставити підпис в журналі з техніки безпеки у відповідній лабораторії, де проводять заняття з дисципліни «Техніка експерименту».

3. Законспектувати основне в лабораторному зошиті або в електронному вигляді (формат презентації – схеми, таблиці, позначки) наступні пункти: 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 вогнебезпечними речовинами; першу допомогу при нещасних випадках; особливості гасіння місцевої пожежі.



### **1.1 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 вогнебезпечними речовинами.

У кожній лабораторії на видному місці є інструкції з техніки безпеки та першої допомоги при опіках та інших нещасних випадках, інструкції про способи гасіння пожежі.

У лабораторії в доступному місці є засоби протипожежної безпеки (вогнегасник, ящик з піском, ковдра із вовни), захисні маски, окуляри, протигази, респіратори і аптечка з медикаментами.

**Дотримання всіх запобіжних заходів забезпечить безпеку виконання лабораторних робіт.**

#### **Загальні правила в лабораторії**

1. У лабораторії категорично **забороняється**:

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

2. 📢 Працювати необхідно у халаті, який застібається спереду.

3. Студент повинен працювати на закріпленому за ним робочому місці.

Під час роботи студент не повинен залишати прилад, який працює, без нагляду; ходити без потреби по лабораторії та заважати іншим студентам виконувати роботу. У лабораторії треба зберігати тишу, підтримувати чистоту, порядок й дотримуватись усіх правил з техніки безпеки при виконанні роботи.

📢 **Забороняється** читати художню літературу, виконувати завдання з інших дисциплін, розмовляти по телефону в лабораторії, тобто займатися сторонньою роботою. Неакуратність, неухважність і поспіх часто призводять до нещасних випадків з важкими наслідками.

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

5. Перед тим як приступити до роботи студент повинен добре засвоїти техніку виконання лабораторної роботи, вивчити хімічні й токсичні властивості вихідних речовин, розчинників та речовини, яку синтезують, або з якими речовинами працюють.

6. Перед синтезом слід перевірити працездатність приладу (герметичність, наявність води в холодильнику, тощо). У процесі синтезу чітко виконувати методику. Обережно й акуратно працювати з хімічним посудом і реактивами.

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

Пробірки миють скляною паличкою, на кінці якої є кусок гумової трубки; потім добре промивають водопровідною водою і обполіскують 2-3 рази дистильованою водою. Якщо при звичайному митті забруднення не будуть усунуті, посуд заповнюють хромовою сумішшю (розчин  $K_2Cr_2O_7$  в концентрованій сульфатній кислоті) чи гарячим розчином соди і залишають на декілька хвилин. Потім хромову суміш чи розчин соди зливають в ту ж склянку, в якій вони зберігалися, а посуд миють водопровідною водою і обполіскують дистильованою водою, висушують в сушильній шафі, окрім мірного посуду, або на дошці з кілочками, яка розміщена на раковині для миття посуду.

📢 **Мити скляний посуд після його застосування, повинно бути правилом кожного, хто працює в лабораторії!**

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

9. Працювати слід так, щоб реактиви не потрапляли на шкіру. У разі потреби потрібно негайно змити реактив і при потребі надати першу домедичну допомогу.

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

### 1.1.1 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: порізи склом, забруднення хімічними речовинами.

1. При складуваних роботах (наприклад, витягування капілярів тощо) слід обережати очі від дрібних осколків, скляних ниток і плівок, які утворюються при роздуванні і розтягуванні скла.

2. При розрізуванні скляних паличок 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.

3. Посуд з реактивами слід брати двома руками, причому однією за горловину, а другою підтримувати за дно.

4. 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.

5. Для запобігання виведення з ладу приладу в процесі його підготовки до роботи (складання тощо) чи експлуатації необхідно дотримуватись таких **правил**:

- круглодонну колбу не можна тримати за горло; хімічний посуд і прилади треба тримати обережно, не стискаючи сильно в руках;
- корок повинен бути на відповідній трубці колби, а не в холодильнику;
- при з'єднанні частин приладу руки слід тримати якомога ближче до місць з'єднання;
- старанно оглянути прилад, перевірити хімічний посуд для приладу на наявність тріщин та інших дефектів, які можуть спричинити виведення його з ладу під час роботи чи викиду реакційної маси з посуду;
- перед роботою перевірити прилад у дії (герметичність, робота холодильника, мішалки тощо);
- внутрішній простір будь-якого приладу, який працює при атмосферному тиску, завжди повинен мати контакт з атмосферою, щоб уникнути вибуху;
- 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, легкозаймісті речовини треба в колбах зі зворотним холодильником;
- не можна нагрівати на сітці товстостінні хімічні 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.

### 1.1.2 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 полігалогенкарбоніві та нітрокарбоніві 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**:

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

2. У лабораторіях можна зберігати 1-2 л концентрованих розчинів кислот і лугів.

3. Переливання та інші роботи з кислотами і лугами слід проводити в захисних окулярах, в гумових чоботях, рукавицях, у фартусі. Розливати кислоту необхідно тільки під тягою через хімічну 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.

4. **Категорично забороняється** зтягувати ротом кислоти і луги через піпетку. Наповняти піпетки кислотами і лугами або їх розчинами треба тільки за допомогою гумової груші.

5. При розбавленні кислот і лугів слід повільно, невеликими порціями при перемішуванні **додавати кислоту, 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 у фарфорових стаканах.

6. Подрібнювати тверді луги (NaOH, KOH) необхідно в рукавицях і окулярах у витяжній шафі в фарфоровій ступці, закритій зверху рушником. Тверді луги можна брати фарфоровою ложкою або щипцями, не можна брати руками.

7. 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.

8. Відпрацьовані розчини лугів та кислот необхідно **зливати тільки в спеціальні склянки з відповідною етикеткою**, які знаходяться у витяжній шафі, під тягою, тобто у відповідний в злив.

**☝ Категорично забороняється** виливати розчини лугів та кислот у каналізацію **без попередньої нейтралізації**.

9. Підлогу, яка залита кислотою, слід засипати піском. Потім його збирають і виносять з приміщення. Промивають підлогу розчином натрій гідрокарбонатом (содою) (тобто проводять нейтралізацію) і в кінці промивають водою.

### **1.1.3 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:

1. Забороняється зберігати на лабораторному столі посуд з вогненебезпечними, легкозаймистими і вибухонебезпечними рідинами.

2. Не можна тримати легкозаймісті речовини біля вогню, ввімкнутих електроплиток або в теплому місці.

3. Забороняється нагрівати легкозаймісті рідини у відкритому хімічному посуді на паяльниках або на електричних плитках. Легкозаймісті рідини нагрівають у колбах зі зворотним холодильником (водяним) на водяних банях, які попередньо нагріті, віддалі від місця роботи. Температуру водяної бані підтримують додаванням гарячої води. Колба, для перегонки, повинна бути герметично приєднана до холодильника.

4. Забороняється досуха проводити перегонку органічних рідин, оскільки багато речовин (диетиловий етер, діоксан) при цьому утворюють вогненебезпечні пероксиди.

5. Забороняється переганяти етер, який довгий час зберігали, без попередньої перевірки на присутність пероксидів, які є вибухонебезпечними.

6. Перед тим, як розібрати прилад в якому знаходиться легкозайміста речовина, треба вимкнути всі паяльники, розташовані поблизу.

7. Слід пам'ятати, що пари етеру і сульфідної кислоти «стеляться» по поверхні стола і можуть зайнятися на значній відстані від місця їх утворення.

8. Щоб уникнути пожежі від випадково викинутого сірника, не можна виливати легкозаймисті речовини у раковину, відра та ящики для сміття.

### 1.1.4 Перша допомога при нещасних випадках

#### Термічні опіки

При термічних опіках I ступеня (почервоніння, незначна припухлість) уражене місце протирають ваткою, змоченою етиловим спиртом або слабким розчином калію перманганату.

При опіках II і III ступенів необхідно 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 проточної 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.

### 1.1.5 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, зроблену з вовни або обробити карбон (IV) оксидом із 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 вогненебезпечні речовини можна гасити водою.

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

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

### ◇ Питання для актуалізації знань

1. Що категорично забороняється робити у лабораторії?
2. Які вам відомі основні правила техніки безпеки в лабораторії при проведенні хімічного експерименту?
3. Які вам відомі особливості роботи зі скляним хімічним посудом?
4. Які вам відомі особливості роботи з кислотами та лугами?
5. Які вам відомі особливості роботи з небезпечними, токсичними, легкозаймистими і вогненебезпечними речовинами?
6. Як надати першу допомогу при термічних хімічних опіках?
7. Які ваші дії при виникненні місцевої пожежі?



## Лабораторна робота 2

### СКЛЯНИЙ, ФАРФОРОВИЙ ПОСУД, МЕТАЛІЧНІ І НАГРІВАЛЬНІ ПРИБАДИ ДЛЯ ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ

**Мета роботи:** ознайомитися з основним лабораторним скляним, фарфоровим посудом; металічними і нагрівальними приладами, які застосовуються в хімічній лабораторії та вивчити основне призначення посуду і приладів.

**Хімічний посуд і прилади:** проста пробірка, калібрувальна пробірка, хімічний стакан, круглодонні колби, плоскодонні колби, холодильники, дефлегматори, ділильні лійки, краплинні лійки, хімічна лійка, скляний пористий фільтр, алонжі, перехідники, насадки, крапельниці, скляний бюкс, годинникове скло, кристалізатор, ексикатори, апарат Кіппа; мірний циліндр, мензурка, градуйована піпетка, піпетка Мора, бюретка, мірна колба; фарфорові стакани, фарфорові ложки (шпателі), випарювальні фарфорові чашки, фарфорові лійки (воронка Бюхнера), ступка з товчачиком, фарфоровий тигель, фарфоровий човник для прокалювання, фарфоровий трикутник, фарфорова сітка для ексикаторів, лабораторний металічний штатив, тримач для пробірок, пінцет, тигельні щипці, хірургічні щипці, затискачі Мора і Гофмана, азбестова сітка, тринога; спиртівка, пальники (газові) Теклю і Бунзена, водяна і піщана баня, колбонагрівач, муфельна і тигельна печі, сушильна шафа.



## Хід роботи

1. Ознайомтесь з основним лабораторним скляним, фарфоровим посудом, металічними і нагрівальними приладами.

2. Оформити в електронному вигляді (табл. 4) основний лабораторний скляний, фарфоровий посуд, металічні і нагрівальні прилади, які представлені в навчально-методичному посібнику (лекція 2), або в підручниках, або інтернеті. Вкажіть основне призначення лабораторного скляного, фарфорового посуду, металічних і нагрівальних приладів (див. табл. 4).

**Таблиця 4** – Основний лабораторний скляний, фарфоровий посуд. Металічні і нагрівальні прилади, які використовують під час хімічного експерименту

№ з/п	Фото хімічного посуду (з інтернету або підручника / назва посуду або приладів)	Основне призначення	Примітка
1	2	3	4
<b>Скляний хімічний посуд</b>			
1	 <p>Проста пробірка</p> <p>Калібрувальна пробірка</p>	<p>Для проведення хімічних реакцій з неорганічними і органічними речовинами</p> <p>Для біохімічних досліджень, для центрифугування</p>	
2			
<b>Мірний скляний посуд</b>			
1			
<b>Фарфоровий посуд</b>			
1			
<b>Металічні прилади</b>			
1			
<b>Нагрівальні прилади</b>			
1			

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

### ❖ Питання для актуалізації знань

1. Для чого використовують пробірки, хімічні стакани?
2. Для чого використовують плоскодонні колби?
3. Для чого використовують холодильники, дефлегматори?
4. Для чого використовують ділильні лійки, краплинні лійки?
5. Для чого використовують хімічну лійку, скляний пористий фільтр?

6. Для чого використовують алонжі, перехідники, насадки?
7. Для чого використовують крапельниці?
8. Для чого використовують скляний бюкс, годинникове скло?
9. Для чого використовують кристалізатор, ексикатор?
10. Для чого використовують апарат Кіппа?
11. Для чого використовують мірний циліндр, мензурку, градуйовану піпетку, піпетку Мора, бюретку, мірну колбу?
12. Для чого використовують фарфорові стакани, фарфорові ложки (шпателі), випарювальні фарфорові чашки?
13. Для чого використовують воронку Бюхнера?
14. Для чого використовують ступку з товчачиком, фарфоровий тигель, фарфоровий човник для прокалювання, фарфоровий трикутник, фарфорову сітку для ексикаторів?
15. Для чого використовують лабораторний металічний штатив, тримач для пробірок, пінцет, тигельні щипці, хірургічні щипці, затискачі Мора і Гофмана, триногу?
16. Для чого використовують спиртівку, пальники (газові) Теклю і Бунзена, водяну і піщану баню, колбонагрівач, муфельну і тигельну печі, сушильну шафу?



### Лабораторна робота 3

#### ТЕХНІКА ЗВАЖУВАННЯ НА ТЕХНОХІМІЧНИХ, ТОРСІЙНИХ, АНАЛІТИЧНИХ, ЕЛЕКТРОННИХ ТЕРЕЗАХ

**Мета роботи:** ознайомитися з основними характеристиками, особливостями будови і правилами роботи на технохімічних, торсійних, аналітичних, електронних терезах.

**Хімічний посуд і прилади:** кристалічні неорганічні, органічні речовини, годинникове скло, бюкс, тигель, колба; технохімічні, торсійні, аналітичні, електронні терези, важки.

#### Хід роботи

1. Розглянути особливості складових компонентів всіх видів терезів: технохімічних, торсійних, аналітичних, електронних, які представлені в лекційному матеріалі.
2. Ознайомитися з основними правилами роботи на технохімічних, торсійних, аналітичних, електронних терезах, які наведені в навчально-методичному посібнику. Оформіть і запам'ятайте ці правила.
3. Виконати завдання 1-6.

### **Завдання 1**

1. Відкрийте ящик з важками, для технохімічних терезів. Розгляньте і запам'ятайте в якому порядку вони розташовані.

2. Дістаньте важки (умовно): а) 20 г, 3 г, 200 мг, 100 мг, 20 мг, 10 мг; визначте загальну масу в г; б) 10 г, 1 г, 50 мг; визначте загальну масу в г; в) 2 г, 500 мг, 100 мг; визначте загальну масу в г. Запишіть отримані результати загальної маси в г в лабораторному зошиті.

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 або тигель, або бюкс, або маленький хімічний стакан або колбу, або годинникове скло); проведіть зважування. Запишіть 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. Перевірте правильність роботи торсійних терезів.

2. Зважте речовину, масою близько 100-200 мг, на торсійних терезах. Запишіть значення маси речовини.

### **Завдання 4**

1. Визначте нульову точку аналітичних терезів.

2. Поставте на ліву чашку терезів бюкс або тигель і визначте його вагу, зважуючи її за правилами.

3. Запишіть отриману масу.

4. Приберіть важки з терезів. Перевірте ще раз нульову точку.

### **Завдання 5**

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 6**

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 особливостей зважування на технохімічних, торсійних, аналітичних, електронних терезах. Вкажіть точність зважування на терезах, які Ви використовували у роботі.

### ❖ Питання для актуалізації знань

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 торсійних терезах?
5. Які правила зважування на аналітичних терезах?
6. Як визначити нульову точку в аналітичних терезах?
7. Які правила і переваги зважування на електронних терезах?



## Лабораторна робота 4

### ПЕРЕКРИСТАЛІЗАЦІЯ КУПРУМ (II) СУЛЬФАТУ

**Мета роботи:** оволодіти навичками проведення перекристалізації, провести перекристалізацію купрум (II) сульфату.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** кристалогідрат  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  (мідний купорос), дистильована вода, холодна проточна вода, хімічні стакани на 50 мл, 100 мл; мірний циліндр, скляна паличка, хімічна лійка, воронка Бюхнера, колба Бунзена; електрична плитка, струшувач, фільтрувальний папір, вакуумний насос.

### Хід роботи

1. Зважують на технохімічних терезах близько 1 г кристалогідрату  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ ; висипають його в хімічний стакан на 50 мл.
2. Обчислюють за таблицею розчинності кількість води, необхідної для одержання насиченого розчину купруму (II) сульфату при  $100^\circ\text{C}$ .
3. Відміряють мірним циліндром об'єм води на 2-3 мл більше, ніж обчислили; виливають в хімічний стакан з купрум (II) сульфатом.
4. Ставлять хімічний стакан з розчином на кільце штатива на азбестову сітку і нагрівають до повного розчинення солі. Під час нагрівання перемішують скляною паличкою.
5. Готують лійку для гарячої фільтрації.

6. Нагрівають розчин купруму (II) сульфату до кипіння; фільтрують гарячим і зливають його невеликими порціями по палочці у ліжку для гарячої фільтрації.

7. Охолоджують до кімнатної температури фільтрат, який одержали, у хімічному стакані. Весь час перемішують скляною паличкою, а потім ставлять у холодну воду до повного охолодження.

8. Відфільтровують на воронці Бюхнера кристали, які одержали. На дно воронки Бюхнера кладуть фільтр, який змочили дистильованою водою, і приєднують прилад до вакуумного насосу; переносять сіль, яку перекристалізували, разом з розчином у воронку Бюхнера.

9. Від'єднують прилад від насоса, якщо закінчили фільтрацію. Витягують з колби Бунзена воронку Бюхнера.

10. Забирають фільтр з кристалами купрум (II) сульфату; висушують їх між листами фільтрувального паперу до повного виділення вологи.

У лабораторному журналі описати виконану роботу, записати розрахунки, представити хімічний посуд, який використовували під час перекристалізації  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ , зробити висновок.

### ❖ Питання для актуалізації знань

1. Які Вам відомі особливості кристалізації та перекристалізації?
2. Які фактори впливають на вибір розчинника для проведення перекристалізації?
3. Які особливості проведення перекристалізації?

### ✍ Виконайте завдання (розв'яжіть задачі)

👉 Під час розв'язання задач необхідно користуватися таблицями розчинності солей за різних температур.

1. Яка маса калію нітрату викристалізується з розчину при охолодженні 500 г насиченого при  $90^\circ\text{C}$  розчину (розчинність 200 г на 100 г води) до  $30^\circ\text{C}$  (розчинність 46 г на 100 г води)?

2. При охолодженні 800 г 27%-ого за масою розчину частина розчиненої речовини випала в осад і концентрація розчину стала 10%. Знайти масу осаду, що утворився.

3. Розчинність ферум (II) сульфату при  $30^\circ\text{C}$  дорівнює 32,9 г в 100 г води. Яку масу залізного купоросу  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  необхідно взяти для приготування 5 кг насиченого розчину?

4. В якій кількості води необхідно розчинити 125 г кристалогідрату  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , щоб отримати насичений розчин, якщо розчинність  $\text{MgSO}_4$  – 35,5 г в 100 г води?

5. Яку кількість калій сульфату ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ ) необхідно додати до 400 г насиченого при  $20^\circ\text{C}$  розчину, щоб при нагріванні до  $100^\circ\text{C}$  розчин залишився

насиченим? Масова частка насиченого при 20 °С розчину  $K_2SO_4$  – 10%, при 100 °С – 19,4%.

6. Розчинність хлору при 20 °С складає 0,716 г на 100 г води. Який об'єм газу повинний розчинитися за цієї температури та тиску 101,33 кПа у 5000 л води?

7. До 50 мл 15%-ого розчину хлоридної кислоти (HCl) ( $\rho = 1,06 \text{ г/см}^3$ ) додали 25%-ий розчин натрій гідроксиду (NaOH) до повної нейтралізації. Яка маса солі випаде в осад при охолодженні розчину до 0 °С, якщо в насиченому при цій температурі розчині масова частка солі складає 17,5.



## Лабораторна робота 5

### ПЕРЕГОНКА ПРИ АТМОСФЕРНОМУ ТИСКУ

**Мета роботи:** очистити органічні речовини від домішок методом простої перегонки при атмосферному тиску.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** гексан, толуен; колба Вюрца (50-100 мл), холодильник Лібіха, алонж, колби-приймачі (на 50-100 мл); хімічний термометр на 150 °С або 250 °С, водна, піщана, або масляна бані; «кипілки».

#### Хід роботи

1. Зібрати прилад для проведення простої перегонки при атмосферному тиску (див. рис. 31).

2. Відміряють речовини, які очищують (наприклад, гексан –  $T_{\text{кип.}} = 68 \text{ }^\circ\text{C}$ ; толуен –  $T_{\text{кип.}} = 110 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

За вказівкою викладача, можна використовувати інші речовини.

3. В горловину колби Вюрца вставляють хімічні лійку, нижній кінець якої повинен знаходитися нижче бічного відводу колби. Через лійку наливають рідину, об'єм якої повинен бути не більше 2/3 об'єму колби Вюрца.

4. В колбу Вюрца вносять «кипілки» (шматочки фарфору) для безпечного нагрівання і для попередження перегріву рідини.

5. У горловину колби Вюрца поміщають термометр. Його встановлюють таким чином, щоб ртутний шарик термометру знаходився на 0,5 см нижче бічної трубки (див. рис. 31).

6. Вміст пробірки поступово нагрівають до кипіння. Початок перегонки фіксують під час утворення першої краплі в колбі-приймачі.

7. Нагрівання продовжують так, щоб швидкість перегонки складала 1-2 краплі дистилату за 1 с. Збирають окремі фракції, фіксують результати у лабораторному журналі, початкові і кінцеві температури їх відбору.

8. Перегонку закінчують тоді, коли на дні колби Вюрца залишається 1-2 мл рідини. Рідину, яка залишається, після охолодження виливають в склянку длі відходів, яка знаходиться під витяжною шафою.

У лабораторному журналі описати виконану роботу, замалювати прилад для простої перегонки при атмосферному тиску (див. **рис. 31**), який використовували, записати результати ( $T_{\text{кип.}}$ ), зробити висновок.

### ❖ Питання для актуалізації знань

1. Які вам відомі характеристика процесу перегонки?
2. Що таке дистиляція?
3. Які вам відомі особливості процесу ректифікація?
4. Як провести просту перегонку при атмосферному тиску?
5. Які особливості перегонки при зниженому тиску (у вакуумі)?
6. Як провести перегонку з водяною парою?
7. У чому особливість дробної (фракційної) перегонки?



## Лабораторна робота 6

### ЕКСТРАКЦІЯ

**Мета роботи:** ознайомитись з різними видами екстракції; оволодіти методом виділення і очищення речовин – екстракцією.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** сухий дитизон, хлоридна кислота, розчин амоніаку, карбон (IV) хлорид, хімічні стакани, мірні циліндри, ділильна лійка.

Дитизон (дифенілтіокарбазон) – мілкокристалічний порошок синьо-чорного кольору. Нерозчинний у воді, малорозчинний в етанолі та диетиловому ефірі, розчинний в сульфатній кислоті, лугах і карбонатах лужних металів, які швидко змінюють темно-червоне забарвлення. Розчинний в хлороформі, а також у карбон (IV) хлориді ( $\text{CCl}_4$ ); розчин дитизону в цих розчинниках має зелений колір.

### Хід роботи

1. 0,04 г дитизону розчиняють в 50 мл карбон (IV) хлориді в ділильній лійці на 600 мл.
2. Приливають 200 мл води і 2 мл концентрованого амоніаку, струшують декілька с. Дитизон переходить у водно-амонійний розчин; в карбон (IV) хлориді залишаються продукти окиснення дитизону.
3. До водно-амонійному розчину дитизону додають 100 мл карбон (IV) хлориду і хлоридну кислоту (розбавлену 1:1) до слабо кислої реакції та сильно

струшують. При цьому дитизон переходить в шар карбон (IV) хлориду і забарвлює його в зелений колір, а водний шар залишається безбарвним.

4. Розчин дитизону необхідно відділити від кислоти, промити 2-3 рази водою і профільтрувати через вату. Розчин дитизону зберігають в темній склянці в прохолодному місці.

У лабораторному журналі описати виконану роботу, замалювати прилад для екстракції, який використовували, зробити висновок.

### ❖ Питання для актуалізації знань

1. Які Вам відомі особливості методу екстракція? Які види екстракції ви знаєте?
2. Яким законом визначається розподіл речовин між двома рідкими фазами?
3. У якому випадку використовують апарат Сокслета?
4. Які фактори необхідно враховувати при виборі розчинника?
5. У чому перевага безперервної екстракції?
6. Які особливості розподілення речовини між двома рідинами?
3. Які вам відомі основні кількісні характеристики екстракції?
4. Що собою являє швидкість екстракції?
5. Які ви знаєте екстракційні хелатні системи?
6. Що собою являє екстракція йонних асоціатів?
7. Що собою являють екстракційні галогенідні і тіоціанатні системи?
8. Яке практичне застосування методу екстракції?

### *Приклади задач з розв'язуванням з теми: «Екстракція»*

#### *Приклад 1*

Визначити ступінь вилучення і зниження концентрації у водній фазі за одну екстракцію при струшуванні 50 мл розчину 0,5 М FeCl<sub>3</sub> і 5 М HCl з 5 мл діетилового ефіру, якщо коефіцієнт розподілу FeCl<sub>3</sub> в системі ефір-вода в цих умовах складає 17,6. Знайдіть кількість послідовних екстракцій, необхідних для доведення Fe<sup>3+</sup> в водній фазі до 5·10<sup>-3</sup> моль/л.

#### *Розв'язання*

Ступінь вилучення (*R*) і зниження концентрації FeCl<sub>3</sub> у водній фазі за одну екстракцію (*c*<sub>1</sub>) вирахуємо за формулами:

$$R = \frac{D}{D + V_e / V_o}$$

$$C_1 = C_0 \frac{V_e}{V_e + V_{екс} D}$$

де: *D* – коефіцієнт розподілення;  
*V<sub>в</sub>* – об'єм водної фази;



$V_o$  – об'єм органічної фази;  
 $C_0$  – початкова концентрація

Підставляємо дані умови задачі в формули, та отримуємо:

$$R = \frac{17,6}{17,6 + \frac{50}{5}} \cdot 100\% = 63,8\% \approx 64\%$$

$$C_1 = 0,5 \frac{50}{50 + 5 \cdot 17,6} = 0,18 \text{ моль / л}$$

Кількість екстракцій ( $m$ ), необхідне для зниження концентрації  $\text{Fe}^{3+}$  до  $5 \cdot 10^{-3}$  моль/л, визначаємо за рівнянням:

$$m = \frac{\lg c_{\text{нач}} - \lg c_{\text{кон}}}{\lg(V_o + V_{\text{екс}} D) - \lg V_o}$$

$$m = \frac{\lg 0,5 - \lg(5 \cdot 10^{-3})}{\lg(50 + 5 \cdot 17,6) - \lg 50} = \frac{(1,0 - 0,7) - (-3 + 0,7)}{2,14 - 1,70} = \frac{2,6}{0,44} = 5,9 \approx 6 \text{ екстракцій}$$

### Приклад 2

Визначити ступінь вилучення пікринової кислоти водного 0,05 М розчину при трьохкратній екстракції бенzenом при  $r = V_{\text{бенз.}} / V_{\text{водн.}} = 1 : 10$ . Коефіцієнт розподілення пікринової кислоти в системі бензен – вода складає 35. Яка залишкова концентрація пікринової кислоти у водному розчині?

### Розв'язання

Ступінь вилучення пікринової кислоти при трьохкратній екстракції розраховують за формулою:

$$R_3 = 1 - \frac{1}{(D \cdot r + 1)^3}$$

$$\text{де } r = \frac{V_o}{V_e} = 0,1$$

Підставляємо дані умови задачі у формулу, та отримуємо:

$$R_3 = 1 - \frac{1}{(35 \cdot 0,1 + 1)^3} = 1 - \frac{1}{91,1} = 1 - 0,011 = 0,989 \text{ або } 98,9\%$$

Залишкова концентрація пікринової кислоти у водній фазі складає:

$$0,05 \cdot 0,011 = 5,5 \cdot 10^{-4} \text{ моль/л}$$

### ✍ Виконайте завдання (розв'яжіть задачі)

1. Визначити ступінь вилучення  $R_1$  і  $R_m$ , а також залишкову концентрацію у водній фазі нікелю диметилглюксимату із  $V_v$  мл водного розчину

при  $pH = 8,0$  і  $m$ -кратному струшуванні з  $V_o$  мл хлороформу, якщо коефіцієнт розподілення  $D = 410$ , а початкова концентрація  $c^o_B$  моль/л дорівнює:

$V_B$ , мл	$V_o$ , мл	$m$	$c^o_B$ моль/л
100	2	2	0,10

2. Визначте ступінь вилучення  $R_1$  і  $R_m$  купфероната олова (IV) та залишкову його концентрацію в водній фазі при  $pH = 2,0$  із  $V_B$ , мл водного розчину при  $m$ -кратному струшуванні з  $V_o$  мл бензолу, якщо коефіцієнт розподілення  $D = 350$ , а початкова концентрація  $c^o_B$  моль/л дорівнює:

$V_B$ , мл	$V_o$ , мл	$m$	$c^o_B$ моль/л
10	2	1	0,2

3. Визначте ступінь вилучення  $R$  та зниження концентрації у водній фазі за одну екстракцію та кількість послідовних екстракцій, необхідних для зниження концентрації алюмінію (III) у водній фазі до кінцевої концентрації  $c^1$ , якщо  $V_B$  мл  $0,05$  М  $AlCl_3$  струшують з  $V_o$  мл ацетилацетону при  $pH = 2,0$ , а коефіцієнт розподілення складає 23.

$V_B$ , мл	$V_o$ , мл	$c^1$ , моль/л
10	2	$1 \cdot 10^{-4}$ моль/л



## Лабораторна робота 7

### СУБЛІМАЦІЯ (ВОЗГОНКА) БЕНЗОЙНОЇ КИСЛОТИ

**Мета роботи:** оволодіти навичками очищення речовин за допомогою сублімації.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** бензойна кислота, фільтрувальний папір, фарфорова чашка, лійка, технохімічні або електронні терези, електрична плитка.

#### Хід роботи

1. Зібрати прилад для проведення сублімації, який складається з фарфорової чашки, фільтрувального паперу і перевернутої на нього скляної лійки. Діаметр лійки повинен бути трохи меншим за діаметр чашки.

2. Зважити на технохімічних або електронних терезах  $0,3$  г забрудненої бензойної кислоти і помістити її на дно фарфорової чашки.

**☝ Бензойна кислота – отрута!!!**

3. Трубку лійки нещільно закривають ватою.

4. Щоб сублімат не потрапив знову до чашки, її накривають круглим паперовим фільтром, в якому в деяких місцях зроблені дірки.

5. Нагрівають речовину дуже повільно, щоб запобігти розкладанню.

У кінці описати виконану роботу; замалювати прилад для сублімації (див. рис. 36), зробити висновок.

### ❖ Питання для актуалізації знань

1. Що таке сублімація?
2. Які речовини можуть бути очищеної за допомогою сублімації?
3. Яку температуру вважають точкою сублімації?



## Лабораторна робота 8

### ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ ПЛАВЛЕННЯ

**Мета роботи:** оволодіти методом визначення температури плавлення капілярним методом.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** кристалічні речовини (похідні хіноліну, акридину, піридину), синтезовані в лабораторії біотехнології фізіологічно активних сполук; етиленгліколь, капіляр діаметром 1 мм, скляна трубка, довжиною до 1 м, гумове кріплення (гумове кільце), прилад для визначення температури плавлення, електрична плитка, термометр.

### Хід роботи

1. Скласти прилад для визначення температури плавлення в капілярі (див. рис. 37).

2. Тонко подрібнену і добре висушену речовину товщиною 2-5 мм вміщують в запаяний з одного кінця капіляр.

Для цього відкритий кінець капіляра занурюють в пробу речовини і набрану в верхній кінець капіляра речовину струшують на дно, обережно кидають капіляр декілька разів через скляну трубку.

3. Капіляр закріплюють на термометрі за допомогою гумового кільця. Проба речовини повинна знаходитись при цьому на рівні кульки ртутного термометра.

4. Термометр, з закріпленим капіляром, вміщують в пробірку, а потім у колбу, як показано на рис. 37.

5. Повільно підвищують температуру на 4-6 °С за 1 хв., а поблизу точки плавлення на 1-2 °С за 1 хв., доводять речовину до плавлення. Точкою плавлення вважають температуру в момент повного розплавлення речовини. Знімають результати.

Замалювати прилад для визначення температури плавлення і описати спостереження досліду, зробити висновок про перевагу методу.

Порівняти капілярний метод з іншими способами визначення температури плавлення.

### ❖ Питання для актуалізації знань

1. Що таке температура плавлення речовин?
2. Який діапазон температури плавлення може свідчити про чистоту речовини?
3. У чому сутність методу «змішаної» проби?
4. Які існують методи визначення температури плавлення?
5. У чому перевага визначення температури плавлення нагріванням речовини в капілярі?



## Лабораторна робота 9

### ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ КИПІННЯ

**Мета роботи:** навчитися визначати температуру кипіння за допомогою методу перегонки.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** органічні речовини, холодильник Лібиха, колба Вюрца, алонж, колба-приймач, дистильована вода, електрична плитка.

#### Хід роботи

1. Скласти прилад для визначення температури кипіння (див. рис. 31).
2. В колбу Вюрца наливають на 2/3 об'єму дистильованої води і починають повільно нагрівати.
3. Відмічають за термометром температуру початку перегонки і температуру її закінчення.
4. Проводять теж саме з органічною речовиною. Порівняти інтервал температур початку і закінчення перегонки дистильованої води і органічної речовини.

Замалювати прилад для визначення температури кипіння (див. рис. 31), описати спостереження зроблені під час досліду.

Зробити висновок про те, як забруднення впливає на інтервал значення температури кипіння.

### ❖ Питання для актуалізації знань

1. Які фактори впливають на точне визначення температури кипіння?
2. Які існують способи визначення температури кипіння?
3. У чому сутність визначення температури кипіння?
4. Що є показником чистоти речовини при визначенні температури кипіння способом простої перегонки?



### Лабораторна робота 10

#### ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ СПИРТУ ЗА ДОПОМОГОЮ АРЕОМЕТРУ

**Мета роботи:** навчитися визначати густину спирту за допомогою ареометру.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** етиловий спирт, дистильована вода, мірні циліндри, ареометр.

#### Хід роботи

1. Взяти необхідний об'єм етилового спирту. Перелити його у мірний циліндр.

2. Опустити обережно ареометр в циліндр. На шкалі ареометра зафіксувати значення густини.

Зробити висновок про густину етилового спирту, яка визначена за допомогою ареометра. Зробити висновок щодо переваги даного методу визначення густини в порівнянні з використанням пікнометра.

#### ❖ Питання для актуалізації знань

1. Дайте визначення поняттю густина розчинів.
2. Які особливості визначення густини рідини за допомогою пікнометра?
3. Які особливості визначення густини рідини за допомогою ареометра?



### Лабораторна робота 11

#### ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКА ЗАЛОМЛЕННЯ ВОДИ ТА ЕТИЛОВОГО СПИРТУ

**Мета роботи:** засвоїти роботу на рефрактометрі RL-3. Навчитися визначати показник заломлення води і етилового спирту за допомогою рефрактометра RL-3.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** дистильована вода, етиловий спирт, вата, піпетки, фільтрувальний папір, рефрактометр RL-3.

#### Хід роботи

1. Ознайомитися з загальним видом рефрактометра RL-3 (див. рис. 44 а), а також з інструкцією роботи на рефрактометрі.

2. Перевіряють чистоту поверхонь призм рефрактометра до початку вимірювань.

3. Перевіряють нульову точку: на поверхню виміральної призми наносять 2-3 краплі дистильованої води, обережно закривають освітлювальну призму. Відкривають освітлювальне віконце і встановлюють в напрямку найбільшої інтенсивності джерела світла за допомогою дзеркала.

Шляхом обертання гвинтів отримують різке, чітке, безбарвне розмежування світлого й темного поля в поле зору окуляра. Обертаючи гвинт, наносять лінію світла і тіні точно до збігу з точкою перетину лінії в верхньому віконці окуляра. Вертикальна лінія в нижньому віконці окуляра вказує результат вимірювання – показник заломлення води при 20 °С дорівнює 1,3330. У випадку інших результатів показник заломлення встановлюють гвинтом на 1,3330, а за допомогою ключа (регульовального гвинту) доводять до межі світла і тіні до точки перетину ліній (див. рис. 44 б).

Якщо межа між темною та світлою частиною не чітка (райдужна), рухом гвинта компенсатора досягають різкості (монохроматичності). Показник заломлення відраховують за лівою шкалою рефрактометра з точністю до 0,0001.

4. Піднімають камеру освітлювальної призми, після установки приладу на нульову точку, і фільтрувальним папером витирають воду. Потім наносять 1-2 краплі розчину (етилового спирту), що досліджують, на площину виміральної призми, камеру закривають. Обертають гвинти до збігу межі світла й тіні з точкою лінії перетину. За шкалою в нижньому віконці окуляру роблять відлік коефіцієнта показника заломлення розчину.

☞ Після кожного визначення показника заломлення необхідно обидві камери промити водою та витерти насухо фільтрувальним папером, між камерами залишити новий фільтрувальний папір прямокутної форми.

#### ☞ **Запобіжні заходи під час роботи на рефрактометрі.**

Найшвидше в приладі виходять з ладу призми, тому необхідно дотримуватися наступних правил безпеки:

1. Перед визначенням показника заломлення призми ретельно очищають від бруду й пилу.

2. Не допускають вимірювання показника заломлення кислот і лугів, оскільки вони роз'їдають поверхню призми.

3. Після вимірювань протирають поверхні призм чистою м'якою серветкою, змоченою водою або спиртом, витирають насухо і закладають між призмами невелику суху чисту серветку або фільтрувальний папір.

4. Категорично забороняється залишати на тривалий час між призмами досліджувану рідину, особливо розчин кальцію хлориду, оскільки поверхня призм після цього покривається тонким матовим шаром і вимірювання показника заломлення стає неможливим.

У кінці лабораторного заняття зробити висновок щодо значення показника заломлення води і етилового спирту. Вказати, чи відповідають показники заломлення табличним даним.

### ◆ Питання для актуалізації знань

1. Що таке показник заломлення?
2. Що собою являє молекулярна рефракція?
3. Які вам відомі особливості роботи на рефрактометрі?



## Лабораторна робота 12, 13

### ПРИГОТУВАННЯ ПРИБЛИЗНИХ І ТОЧНИХ РОЗЧИНІВ

**Мета роботи:** засвоїти різні способи вираження концентрації розчину і приготувати приблизні і точні розчини за вказівкою викладача.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** солі, кристалогідрати, луги, кислоти; технохімічні терези, аналітичні терези, електронні терези; мірні колби на 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000 мл, мірний циліндр, ареометр, термометр.

### Хід роботи

1. Ознайомитися з технікою приготування і зберігання приблизних розчинів, а саме, приготування розчинів солей, розчинів лугів, приготування розчинів кислот.

2. За вказівкою викладача приготувати розчини солей, лугів, кислот відповідних концентрацій і об'ємів, за необхідністю цих розчинів у лабораторії, а саме для виконання інших лабораторних робіт. Зробити певні розрахунки.

3. Ознайомитися з технікою приготування і зберігання точних розчинів; приготування розчинів з фіксаналів.

4. За вказівкою викладача приготувати нормальні і молярні розчини, розчини з фіксаналів у лабораторії, а саме для виконання інших лабораторних робіт. Зробити певні розрахунки.

5. У всіх випадках, після приготування приблизних і точних розчинів підготувати посуд для зберігання реактивів, зробити певні надписи на бутілях.

### ◆ Питання для актуалізації знань

1. Що таке розчини?
2. Що таке розчинність речовини?
3. Які вам відомі способи вираження концентрації розчинів?
4. Які особливості техніки приготування і зберігання приблизних розчинів?
5. У чому особливість приготування розчинів солей?
6. У чому особливість приготування розчинів основ?
7. У чому особливість приготування розчинів кислот?

8. У чому особливість техніки приготування і зберігання точних розчинів?

9. Яка особливість приготування розчинів з фіксаналів?



### Лабораторна робота 14.1

#### ОДЕРЖАННЯ КУПРУМУ З РОЗЧИНІВ ЇЇ СОЛЕЙ

**Мета роботи:** засвоїти основний метод одержання металів з розчинів їх солей.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** мідний купорос ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), цинк (гранульований), розбавлена хлоридна кислота або розбавлена сульфатна кислота, хімічні стакани на 100 мл, мірний циліндр, технохімічні терези, важки.

#### Хід роботи

1. В концентрований розчин купрум (II) сульфату поміщають цинк (гранульований). Спостерігають зміни у реакції.

2. Після забарвлення розчину його зливають, відбирають шматочки цинку, які не прореагували. Заливають осад купруму з залишками цинку розбавленою хлоридною або сульфатною кислотою, яку нагрівають до  $60\text{ }^\circ\text{C}$ .

3. Купрум переносять на фільтр, промивають розбавленою хлоридною кислотою, водою, а потім спиртом.

4. Фільтр з Купрумом висушують у сушильній шафі при температурі  $40\text{-}50\text{ }^\circ\text{C}$ .

У кінці роботи написати висновок щодо виходу продукту реакції, враховуючи, що даним методом одержують 1 г Купруму. Написати рівняння реакції.



### Лабораторна робота 14.2

#### ОДЕРЖАННЯ МАГНІЙ (II) ОКСИДУ

**Мета роботи:** засвоїти метод одержання магній оксиду за допомогою термічного розкладання речовини.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** технохімічні або електронні терези, магній карбонат ( $\text{MgCO}_3$ ), тиглі, електрична плитка, термометр, муфельна піч.



### Хід роботи

1. Зважити на техномічних або електронних терезах 1 г магнію карбонату. Наважку помістити в фарфоровий тигель.

2. Наважку в фарфоровому тиглі поставити в муфельну піч. Температуру в муфельній печі довести до 300 °С і постійно підвищувати. Розклад почнеться за температури 300 °С і закінчується при температурі червоного жару.

3. Розклад можна вважати закінченим, якщо при взаємодії з хлоридною кислотою не виділяється CO<sub>2</sub>.

В кінці роботи оформити висновок і написати рівняння реакції одержання магній оксиду.



### Лабораторна робота 14.3

#### ОДЕРЖАННЯ КУПРУМ (II) ГІДРОКСИДУ

**Мета роботи:** ознайомитись з основними методами одержання гідроксидів і одержати купрум (II) гідроксид.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** мідний купорос (CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O), 10%-ий розчин амоніаку, 10%-ий розчин натрію гідроксиду, хімічна воронка, конічна колба, фільтрувальний папір, тигель, ексикатор.

### Хід роботи

1. Готують насичений розчин мідного купоросу (CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O) об'ємом 10 мл. Для цього треба розрахувати кількість мідного купоросу і води з врахуванням кристалізаційної води.

2. Мідний купорос попередньо нагрівають до 70 °С і додають 10%-ий розчин амоніаку до появи інтенсивного синього забарвлення.

3. Розчин профільтровують і до суміші, яку охолодили додають по краплям 10%-ий розчин натрію гідроксиду до утворення блакитного осаду.

4. Осад відфільтровують, промивають теплою водою і сушать у вакуумі або в ексикаторі.

У кінці роботи написати рівняння реакції. Зробити висновок щодо способу одержання оксиду.



## Лабораторна робота 14.4

### ОДЕРЖАННЯ СОЛІ ПЛЮМБУМУ

**Мета роботи:** ознайомитись з основними методами одержання солей і одержати сіль плюмбуму.

**Хімічні реактиви, хімічний посуд і прилади:** розчин плюмбум нітрату ( $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ), розчин калій хлориду ( $\text{KCl}$ ), хімічна пробірка.

#### Хід роботи

До п'яти крапель розчину плюмбуму нітрату ( $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ) додати 5 крапель розчину калію хлориду ( $\text{KCl}$ ). Спостерігати випадання осаду плюмбуму хлориду ( $\text{PbCl}_2$ ).

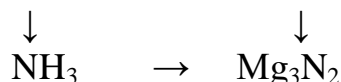
У кінці роботи написати рівняння реакції в молекулярному і йонному вигляді, записати спостереження. Зробити висновок щодо способу одержання солі плюмбуму.

#### ❖ Питання для актуалізації знань

1. Які способи одержання металів вам відомі?
2. Які способи одержання оксидів вам відомі?
3. Які способи одержання основ вам відомі?
4. Які способи одержання солей вам відомі?

#### ✍ Виконайте завдання

1. Якими хімічними властивостями володіють метали? Напишіть рівняння реакцій.
2. Якими хімічними властивостями володіють оксиди? Напишіть рівняння реакцій.
3. Якими хімічними властивостями володіють основи? Напишіть рівняння реакцій.
4. Якими хімічними властивостями володіють солі? Напишіть рівняння реакцій.
5. Складіть схему «Генетичний зв'язок класів неорганічних сполук».
6. Напишіть рівняння реакцій, щоб здійснити перетворення.
  - а)  $\text{P} \rightarrow \text{P}_2\text{O}_5 \rightarrow \text{H}_3\text{PO}_4 \rightarrow \text{Na}_3\text{PO}_4$ ; б)  $\text{Zn} \rightarrow \text{ZnO} \rightarrow \text{ZnCl}_2 \rightarrow \text{Zn}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{ZnSO}_4$ ; в)  $\text{Ca} \rightarrow \text{CaO} \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaCO}_3$
  - г)  $\text{Al} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \rightarrow \text{Al}(\text{OH})_3 \rightarrow \text{AlCl}_3$
  - д)  $\text{N}_2 \rightarrow \text{NO} \rightarrow \text{NO}_2 \rightarrow \text{HNO}_3 \rightarrow \text{NH}_4\text{NO}_3 \rightarrow \text{N}_2\text{O} \rightarrow \text{N}_2$



## ВИКОРИСТАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Косогін О.В., Лінючева О.В., Мірошниченко Ю.С. Техніка хімічного експерименту : підручник для студ. спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія», спеціалізації «Електрохімічні технології неорганічних і органічних матеріалів»; Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2019. 387 с.
2. Методичні рекомендації для проведення практичних занять з дисципліни «Сучасна аналітична лабораторна практика» / І.С. Гриценко, О.Г. Кизим, С.В. Колісник та ін. Харків : НФаУ, 2020. 40 с.
3. Ранський А.П., Євсєєва М.В., Гордієнко О.А. Органічна хімія. Теорія та практикум : навч. посіб. / за ред. А.П. Ранського Вінниця : ВНТУ, 2011. 210 с.

## РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

### Основна:

1. Косогін О.В., Лінючева О.В., Мірошниченко Ю.С. Техніка хімічного експерименту : підручник для студ. спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія», спеціалізації «Електрохімічні технології неорганічних і органічних матеріалів»; Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2019. 387 с.
2. Омелянчик Л.О., Бражко О.А., Завгородній М.П., Генчева В.І., Дерев'янку Н.П. Техніка експерименту : навч.-метод. посіб. для студентів освітньо-кваліфікаційного рівня «бакалавр» напряму підготовки «Хімія». Запоріжжя : ЗНУ, 2015. 121 с.

### Додаткова:

1. Богомолів М.Ф., Вовянюк С.І., Шликов В.В. Лабораторна аналітична техніка : лабораторний практикум : навч. посіб. для студ. спеціальності 163 «Біомедична інженерія» та 152 «Метрологія та інформаційно-вимірвальна техніка», спеціалізації «Клінічна інженерія». Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2018. 124 с.
2. Аналітичні методи лабораторних досліджень. Облаштування хімічних аналітичних лабораторій, загальноприйняті та додаткові підготовчі роботи для досліджень : навч. посіб. / Д.О. Мельничук, С.Д. Мельничук, В.М. Войціцький та ін.; за ред. академіка НАН України і НААН України Д. О. Мельничука. Київ, 2016. 242 с.
3. Мінаєва В.О. Методи концентрування неорганічних речовин : навч.-метод. посіб. для студентів вищих навчальних закладів. Черкаси : Видавництво ЧНУ імені Богдана Хмельницького, 2014. 313 с.

## ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ:

1. Experimental techniques. URL: [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical\\_Chemistry/Qualitative\\_Analysis\\_of\\_Common\\_Cations\\_in\\_Water\\_\(Malik\)/2%3A\\_Experimental\\_techniques](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical_Chemistry/Qualitative_Analysis_of_Common_Cations_in_Water_(Malik)/2%3A_Experimental_techniques)
2. Chemistry. 2015. URL: <https://web.ung.edu/media/Chemistry2/Chemistry-LR.pdf>

3. Chemistry Lab Experiments. URL: <https://www.lccc.edu/academics/science-and-engineering/science-in-motion/labs-equipment/chemistry-lab-experiments>

### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО ЛЕКЦІЇ 2, 11**

1. Лабораторний посуд і аксесуари. URL: <https://shop.hlr.ua/ua/laboratornaya-posuda-i-aksessuary/> (дата звернення 27.03.2024)

2. Рефрактометри (сайт, каталоги). URL: [https://simvolt.ua/refraktometry-ua/?gclid=Cj0KCQjwhtWvBhD9ARIsAOP0GojpVJfFkm4xTwEHTv3fgyGX4sidaL-QbKjC\\_LKBrvIONTRPDItycDEaAkxHEALw\\_wcB](https://simvolt.ua/refraktometry-ua/?gclid=Cj0KCQjwhtWvBhD9ARIsAOP0GojpVJfFkm4xTwEHTv3fgyGX4sidaL-QbKjC_LKBrvIONTRPDItycDEaAkxHEALw_wcB)

### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 2:**

1. How to use a Volumetric Pipette - Science@Waikato 2.42.

URL: <https://m.youtube.com/watch?v=oEpMve-UqGk>

2. Laboratory techniques - Bulb pipette (Chemistry Laboratory Previews) 4.02

URL: <https://m.youtube.com/watch?v=8vpwgdW0IWE>

3. Laboratory techniques - Titration (Chemistry Laboratory Previews) 4.52

URL: <https://m.youtube.com/watch?v=t6fbO1MRdPo>

4. Laboratory techniques - Weighing by difference (Chemistry Laboratory Previews) 2.00

URL: <https://m.youtube.com/watch?v=eu4t3ciRR30>

5. Магнітна мішалка ММ-7, виробництва Просто Прилад 1.39

URL: [https://www.youtube.com/watch?v=CskF2\\_ocktU&t=4s](https://www.youtube.com/watch?v=CskF2_ocktU&t=4s)

6. Ознайомлення з лабораторним посудом 39.43

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=U66JPydRSeo>

7. Нагрівальні прилади. Будова полум'я. Нагрівання речовин у пробірці 7.24

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=b3m0na977Hg>

8. Баня водяна лабораторна MICROmed 4.01

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=hl4UZfZfi4k>

9. Водяні бані Memmert WTB 1.39

URL: [https://www.youtube.com/watch?v=wj\\_mC3B5x2k](https://www.youtube.com/watch?v=wj_mC3B5x2k)

10. How to use E water bath digital controlled 6 holes 21liter with stainless steel chamber abron01 2.24

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=53WUbjZOOqk>

### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 3:**

1. Ваги аналітичні ANG, ANG...С. 1.06

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=5LM8ZoETwqc>

2. Analytical Balance 5.47

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=v2i4Us1dIfw>

3. Лабораторні ваги ТВЕ | TVE laboratory balances 3.55

URL: <https://m.youtube.com/watch?v=XpLORTam8TQ>

4. Набір гирь лабораторних калібрувальних 1 г - 200 г точність E2 0.37

URL: <https://m.youtube.com/watch?v=iEpQseSFqly>

### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 4:**

1. Recrystallization of Copper Sulphate 6.29

URL: [https://www.youtube.com/watch?app=desktop&v=trpZG3U2L\\_Y](https://www.youtube.com/watch?app=desktop&v=trpZG3U2L_Y)

2. Pearson Combined Science and GCSE Chemistry core practical - preparing crystals of copper sulfate 6.32

URL: [https://www.youtube.com/watch?v=mNebkJ7\\_48s](https://www.youtube.com/watch?v=mNebkJ7_48s)

3. Chemical/Laboratory Techniques: Vacuum filtration 6.16

URL: <https://m.youtube.com/watch?v=rTtkcQGyYZ4>

4. Preparation of Copper Sulfate Crystals 13.29

URL: <https://www.youtube.com/watch?app=desktop&v=8MQW02OOyHI>

#### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 5:**

1. Simple Distillation 9.35

URL: [https://www.youtube.com/watch?v=cw-Wc\\_KjHgс](https://www.youtube.com/watch?v=cw-Wc_KjHgс)

2. Fractional distillation of two liquids (acetone and water) 2.38

URL:

<https://m.youtube.com/watch?v=NGfH2lfzYQM&pp=ygUXZGlzdGlzbGF0aW9uIG9mIGFjZXRvbmU%3D>

3. Assembling a Simple Distillation Apparatus 5.19

URL: <https://m.youtube.com/watch?v=8tj8zo7Id7s>

4. Simple Distillation 5.14

URL: [https://m.youtube.com/watch?v=0IWy\\_hdгKJM](https://m.youtube.com/watch?v=0IWy_hdгKJM)

5. Experimental video Distillation & Fractional distillation 5.59

URL: [https://m.youtube.com/watch?v=bt\\_8oUqPzxc](https://m.youtube.com/watch?v=bt_8oUqPzxc)

#### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 6:**

1. Екстракція 0.17

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=usR-atD0sYc>

2. Екстракція йоду з водного розчину хлороформом 4.10

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=OsSv-C6KTD4>

3. Екстрагування хлорофілу з зеленого листа рослин за допомогою апарата Сокслета 8.06

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=WWuWiDpgqiI>

4. Автоматичний аналіз жиру екстракторами серії SER від VЕLP Scientifica 15.11

URL: [https://www.youtube.com/watch?v=E\\_qoNpDcTuc&t=13s](https://www.youtube.com/watch?v=E_qoNpDcTuc&t=13s)

5. how to use soxhlet extraction on herbs 10.37

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=yJQ0czaqZQQ&t=6s>

6. Determination of Crude Fat Content (Soxhlet Extraction) \_A Complete Procedure (AOAC 2003.05) 13.52

URL: <https://m.youtube.com/watch?v=24qWVLM7hhw>

#### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 7:**

1. Purification of Benzoic acid by sublimation 2.15

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=CiuJUZicmгg>

2. Purification using sublimation Process 1.17

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=fWOrdT-XtVc>

### 3. PURIFICATION OF BENZOIC ACID BY SUBLIMATION 3.09

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=4G6cFXtbwNo&t=127s>

#### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 8:**

1. Good Melting Point Measuring Practice 1.18

URL:

[https://www.youtube.com/watch?v=jBTImQD\\_bgI&list=LL&index=11&t=11s](https://www.youtube.com/watch?v=jBTImQD_bgI&list=LL&index=11&t=11s)

#### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 9:**

1. Boiling Point Determination 4.54

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=wJzLU5nQkAw&t=160s>

#### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 10:**

1. Визначення густини досліджуваної речовини 2.44

URL:

<https://m.youtube.com/watch?v=hekT--FUJYVQ&pp=ygVJ0LLQuNC30L3QsNGH0LXQvdC90Y8g0LPRg9GB0YLQuNC90Lgg0YDQvtC30YfQuNC90ZbQsiDQsNGA0LXQvtC80LXRgtGA0L7QvA%3D%3D>

#### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 11:**

1. Abbe refractometer (The use and how it works) 3.45

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=CW9gOyH8HIA>

2. РЕФРАКТОМЕТРІЯ. Принцип роботи з рефрактометром. Визначення концентрації речовин. 9.22

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=TxJuUNLJMj4>

3. 204 - Refractometer 7.21

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=FqevY8CjIAk>

4. Вивчення роботи рефрактометра 3.52

<https://www.youtube.com/watch?v=DIQiUih1DyM>

5. Study of the refractometer operation [ENG] (Abbe refractometer (The use and how it works)) 6.02

URL: <https://www.youtube.com/watch?app=desktop&v=iJOv7KKostw>

6. Refractive Index Experiment S21 8.44

URL:

<https://m.youtube.com/watch?v=ooU9sKSZez8&pp=ygUecmVmcmFjdG12ZSBpbmRleCBkZXRIcm1pbmF0aW9u>

7. Рефрактометр Atago PAL-3 0-93% Brix  $\pm 0.1$  % з АТК, відеоогляд, передача даних на смартфон 1.23

URL: <https://m.youtube.com/watch?v=N-WT4h-tjhl>

#### **ІНФОРМАЦІЙНІ РЕСУРСИ ДО Л/Р 12:**

1. Приготування розчину з фіксаналу 8.22

URL: <https://www.youtube.com/watch?v=P0BrecAZEIA>

Навчально-методичне видання  
(українською мовою)

**Генчева Вікторія Іванівна**  
**Бражко Олександр Анатолійович**  
**Омельянчик Людмила Олександрівна**

## **ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ**

Навчально-методичний посібник  
для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра спеціальності «Хімія»  
освітньо-професійної програми «Хімія»

Рецензент *М. М. Корнет*  
Відповідальний за випуск *О. А. Бражко*  
Коректор *В. І. Генчева*