

Министерство образования и науки Российской Федерации

Амурский государственный университет

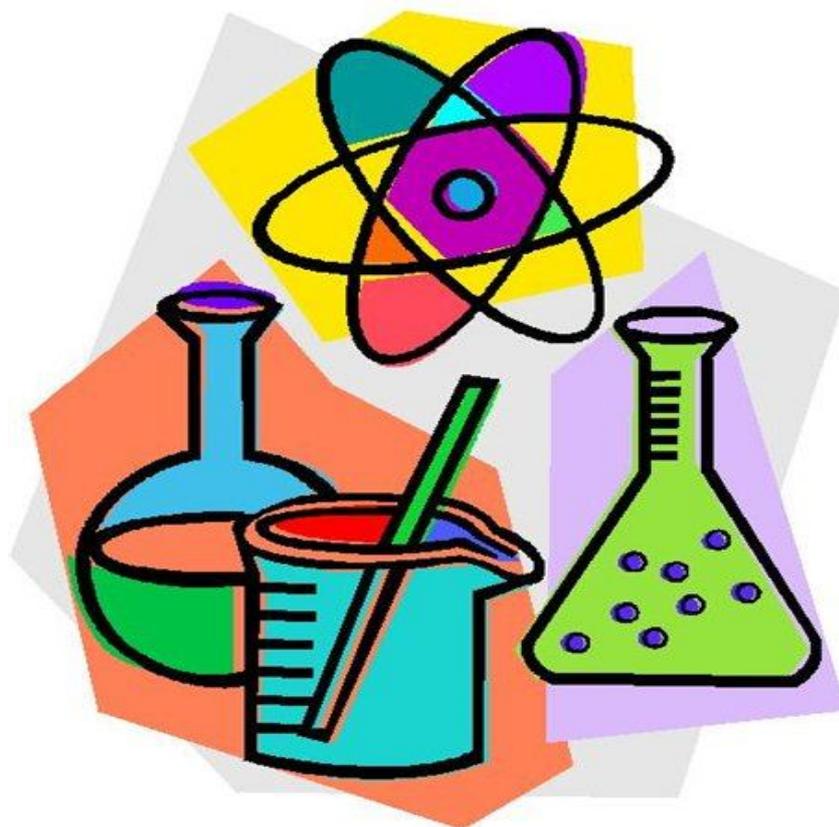
В. И. Митрофанова

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ

1 часть.

*Очистка вещества. Определение
степени чистоты вещества*

учебное пособие



Благовещенск

2016

ББК 24.4 я 73
А 64

*Рекомендовано
учебно-методическим советом университета*

Рецензенты:

А.П. Пакурина, д-р хим. наук, профессор ДальГАУ;

*С.А. Лескова, канд. хим. наук, доцент кафедры химии и естествознания
АмГУ.*

Составитель: В.И. Митрофанова

***Аналитическая химия. Лабораторный практикум. I часть. Очистка
вещества. Определение степени чистоты вещества. / Благовещенск:
Амурский гос. ун-т, 2016. – 57 с.***

Пособие предназначено для бакалавров направления подготовки 18.03.04 «Химическая технология» направленности образовательной программы «Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов», изучающих дисциплину «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа».

Данное учебное пособие, состоящее из четырех частей, представляет собой содержательное руководство к лабораторным занятиям, сочетающее краткую теоретическую часть и методическое описание проведения лабораторных работ.

В первой части учебного пособия представлен раздел по очистке вещества и определению степени чистоты вещества. Экспериментальная часть – 4 лабораторные работы, включающих несколько опытов. Выполнение лабораторных работ позволит студентам закрепить теоретические знания о приемах и методах очистки и определения степени чистоты вещества, а также приобрести практические навыки и умения в работе с реактивами, оборудованием, приборами и методикой проведения измерений и анализов природных и промышленных объектов.

Для закрепления полученных знаний и навыков студентами ко всем разделам пособия предлагаются контрольные вопросы.

В авторской редакции.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие.....	4
Введение в химический анализ.....	7
Раздел I. Очистка вещества. Определение степени чистоты вещества.....	11
Глава 1. Методы очистки вещества.....	12
1.1 Перекристаллизация.....	12
1.2 Возгонка и (или) сублимация.....	13
1.3 Фильтрование и перегонка (дистилляция).....	13
1.4 Методы очистки газообразных веществ от примесей.....	16
Глава 2. Методы определения степени чистоты вещества.....	17
2.1 Определение степени чистоты вещества по его плотности.....	17
Лабораторная работа № 1. Определение относительной плотности жидких веществ.....	19
2.2 Определение степени чистоты вещества по его вязкости.....	24
Лабораторная работа № 2. Определение вязкости капиллярным вискозиметром.....	27
2.3 Определение степени чистоты вещества по температуре плавления.....	31
Лабораторная работа № 3. Определение температуры плавления.....	34
2.4 Определение степени чистоты вещества по температуре кипения...36	
Лабораторная работа № 4. Определение температуры кипения.....	40
Приложение 1. Основные правила безопасности и работы в физико-химической лаборатории.....	45
Приложение 2. Физико-химические константы некоторых органических веществ.....	52
Периодическая система Д.И. Менделеева.....	53
Библиографический список.....	56

ПРЕДИСЛОВИЕ

Учебное пособие «Аналитическая химия. Лабораторный практикум. I часть Очистка вещества. Определение степени чистоты вещества» подготовлено в соответствии с программой изучаемой дисциплины «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» и предназначено для студентов направления подготовки «Химическая технология» направленности образовательной программы «Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов».

Дисциплина «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» является базовой при подготовке бакалавров-технологов и необходима для дальнейшего освоения других дисциплин химико-технологического содержания: физической и коллоидной химии, органической химии, а также теоретических основ процессов и аппаратов химических производств, общей химической технологии и пр.

Данное учебное пособие состоит из четырех частей. В предлагаемой первой части пособия рассматриваются основные вопросы по очистке вещества и методах определения степени чистоты вещества. Вопросы качественного анализа рассматриваются во второй части, раздел количественного анализа - гравиметрический и титриметрический методы анализа предлагаются в третьей части. Раздел физико-химических методов анализа, завершающий в дисциплине, рассматривается в четвертой части пособия. Предлагаемый теоретический материал поможет студентам при подготовке к лабораторным работам, которые по ряду тем совмещены с семинарскими и практическими занятиями. Контрольные вопросы в конце каждой темы позволят проверить правильность усвоения материала, подготовиться к защите лабораторных работ, развить способность применять полученные знания для решения конкретных задач.

Четыре части пособия включают лабораторные работы, выполнение которых позволит сформировать у студентов экспериментальные навыки и умения работы с химическим оборудованием, посудой и реактивами,

методически последовательному проведению анализов, будет способствовать закреплению полученных теоретических знаний. Так как все лабораторные работы содержат элементы исследований, то это в свою очередь позволит студентам одновременно овладевать и исследовательскими навыками, применяя их при подготовке курсовых и других видов практических работ, а также при подготовке к учебной и производственным практикам. Перечень тем лабораторных работ обусловлен требованиями подготовки специалистов инженерных специальностей и программой направления подготовки «Химическая технология», а также наличием приборного обеспечения, оборудования и реактивов, необходимых для их проведения. Ведущему преподавателю предоставляется определенная свобода выбора экспериментов и заданий, наиболее соответствующих направлению подготовки и материальному обеспечению лабораторий.

Пособие снабжено рисунками, таблицами и схемами. Необходимые справочные материалы, таблицы, а также правила поведения и техники безопасности в физико-химической лаборатории приведены в приложении.

Цели освоения дисциплины «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» – формирование у студентов компетенций, связанных с пониманием теоретических и практических основ методов и средств идентификации, обнаружения, разделения и концентрирования, а также определения элементов и их соединений в сложных природных и промышленных объектах.

Исходя из цели, задачами освоения дисциплины являются:

- формирование способности понимать природу и сущность явлений, процессов в различных химических и физико-химических системах, лежащих в основе химических и физико-химических методов идентификации и определения веществ;
- формирование способности обосновывать оптимальный выбор метода, схемы анализа, условий регистрации аналитического сигнала на основе

теоретических положений химических и физико-химических методов анализа;

- формирование творческого мышления, объединение фундаментальных знаний основных законов химических и физико-химических методов анализа с последующим выполнением качественного и количественного анализов и математической обработкой результатов анализа с учетом метрологических характеристик;

- формирование навыков самостоятельного выполнения химических и физико-химических анализов промышленных и природных объектов и оценки погрешностей на всех стадиях проведения, развитие умения выделять конкретное содержание в прикладных задачах учебной и профессиональной деятельности;

- раскрытие роли и места химического и физико-химического анализа в развитии научно-технического прогресса; определение роли отечественных и зарубежных ученых в развитии химических наук.

В процессе освоения данной дисциплины студент формирует и демонстрирует следующие **общепрофессиональные (ОПК) и профессиональные компетенции (ПК):**

- способность и готовностью использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности (ОПК-1);

- способностью проводить анализ сырья, материалов и готовой продукции, осуществлять оценку результатов анализа (ПК-10);

- способность планировать и проводить физические и химические эксперименты, проводить обработку их результатов и оценивать погрешности, выдвигать гипотезы и устанавливать границы их применения, применять методы математического анализа и моделирования, теоретического и экспериментального исследования (ПК-16);

- готовность использовать знание свойств химических элементов, соединений и материалов на их основе для решения задач профессиональной деятельности (ПК-18).

Замечания и пожелания по содержанию пособия направлять на кафедру
«Химии и естествознания» Амурского государственного университета.

ВВЕДЕНИЕ В ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Аналитическая химия – наука о методах и средствах определения химического состава веществ и материалов. Именно в аналитической химии разрабатываются методы идентификации и обнаружения, определения и разделения химических элементов и их простых и сложных соединений. Кроме того, в аналитической химии разрабатывают методы установления химического строения веществ и количественной оценки содержащихся компонентов.

Аналитическая химия – это прикладная наука. Методы химического анализа применяются не только в химической технологии и химическом производстве, но и в геологии (устанавливается состав минералов и горных пород), в контроле качества исходного сырья и готовой продукции, в экологическом мониторинге, в сельском хозяйстве, археологии, биологии, медицине, криминологии и т.д.

Основной задачей аналитической химии является определение химического состава веществ или их смеси.

В основе аналитической химии лежит химический анализ, однако идентификация веществ и материалов может производиться также физико-химическими и физическими методами.

В качестве объектов анализа могут быть природные или промышленные материалы. Все аналитические методы основаны на получении и измерении *аналитического сигнала* (АС), т. е. любого проявления химических или физических свойств вещества.

Как правило, сначала определяют элементный состав, т.е. из каких атомов или ионов состоит вещество. Решение этой задачи прерогатива *качественного анализа*. Затем устанавливается количественное содержание определяемых компонентов анализируемого объекта. Эту задачу решает *количественный анализ*.

Существуют различные классификации методов анализа в зависимости от принятого в основу принципа (рис. 1 и 2).

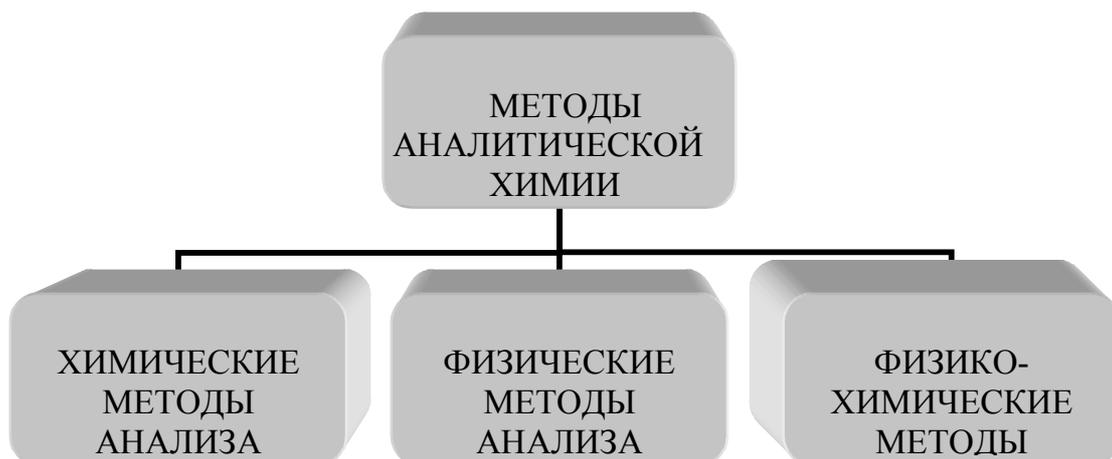


Рис. 1. Классификация методов анализа по принципу получения аналитического сигнала

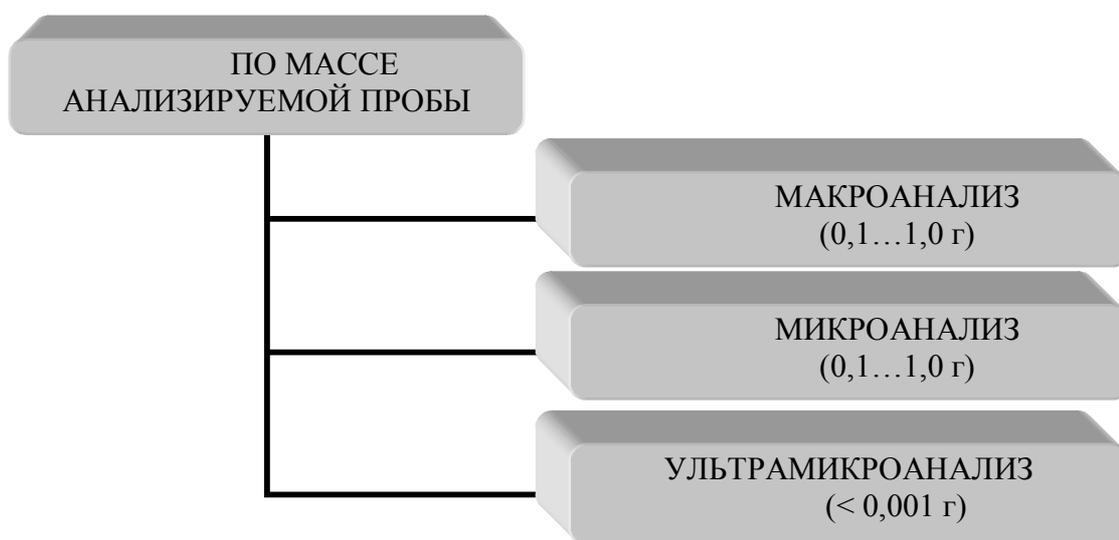


Рис. 2. Классификация методов анализа по массе анализируемой пробы

При проведении *макроанализа* реакции проводят в пробирках реакции проводят в обычных пробирках, химических стаканах или колбах. Осадки отделяют от растворов путем фильтрования через бумажные фильтры.

При проведении *микроанализа* используются высокочувствительные реакции, позволяющие обнаружить присутствие отдельных составных частей даже при малом содержании их в исследуемой пробе. Реакции выполняют либо *микрористаллоскопическим* или *капельным методом*.

В микрокристаллоскопическом методе реакции, как правило, проводят на предметном стекле. О присутствии открываемого иона (элемента) судят по характерной форме формирующихся кристаллов, которые рассматривают под микроскопом.

В капельном методе применяют реакции, сопровождающиеся изменением окраски или образованием окрашенных осадков. Реакции в основном проводят на фильтровальной бумаге (но можно на часовом стекле, пластинке с углублениями и т.п.), при этом исследуемый раствор и реактивы наносят в определенной последовательности по каплям. По цвету образующегося пятна судят о присутствии в исследуемом растворе открываемого иона.

При проведении *ультрамикроанализа* различные операции анализа проводят под микроскопом.

В основе химических методов лежат так называемые качественные химические реакции различных типов: кислотно-основные, комплексообразования, окислительно-восстановительные, осаждения и пр. Такие реакции, как правило, протекают с определенным внешним эффектом: выделением газов, образованием характерных осадков или их растворением, изменением окраски раствора. Качественные реакции в целом достаточно селективны, так как внешние эффекты вызываются определенными ионами.

В отличие от химических методов физико-химические методы анализа в качестве аналитического сигнала используют различные физические параметры физических явлений, происходящих в процессе протекания химического процесса. К ним относят спектральные, электрохимические, термометрические, хроматографические и др. методы анализа.

В методах физического анализа используют характерные физические свойства вещества, не зависящие от химической реакции (температуры плавления и кипения, вязкость и плотность и пр.), но определяющие степень чистоты вещества.

Физические и физико-химические методы анализа называют также инструментальными, так как аналитический сигнал в таких методах, как

правило, регистрируют, измеряют и определяют с помощью специальных приборов.

При подготовке к лабораторным работам студенты обязаны ознакомиться с правилами безопасности и работы в физико-химической лаборатории, представленными в приложении 1.

РАЗДЕЛ I

**ОЧИСТКА ВЕЩЕСТВА.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ**

ЧИСТОТЫ ВЕЩЕСТВА

Химические вещества, используемые в лабораторных работах, должны быть определенной чистоты, так как индивидуальные свойства вещества полностью проявляются лишь тогда, когда не имеют примесей как природных, так и появляющихся в процессе их получения. Степень чистоты вещества определяют исходя из его состава и его свойств. Существуют разные методы определения чистоты вещества.

Наличие примесей можно определить с помощью метода *качественного анализа*. Для этого используют различные качественные реакции, переводя примеси в соединения с определенным внешним признаком.

Также одним из действенных методов определения чистоты вещества является *количественный анализ*, проводимый различными способами:

1. Определение процентного содержания отдельных элементов в веществе. Если получены отклонения от величин, вычисленных по формуле, то это указывает на количество примесей.
2. К определенной массе исходного вещества добавляют какой-либо реагент и затем находят массу продукта реакции или массу затраченного реагента. Полученные результаты сравнивают с вычисленными по уравнению реакции, затем определяют степень чистоты исходного продукта.
3. Определение количественного содержания примесей с помощью специальных проб. Предварительное заключение о характере примесей делают исходя из природы и способа получения исходного вещества. Чем меньше количество примесей, тем точнее экспериментальный результат по отношению к теоретически рассчитанному.

Необходимо учитывать, что каждый из способов анализа обладает определенной чувствительностью, поэтому принято сравнивать полученные результаты с содержанием примесей меньше определенной величины (т.е. отрицательный результат не всегда является 100 % гарантией отсутствия примесей).

Как было сказано выше, чистота любого вещества количественно оценивается по его физико-химическим свойствам, которые, в случае отсутствия примесей, имеют постоянные значения и поэтому такие величины называются *физико-химическими константами*. Важнейшими из них являются – *температура плавления, температура кипения, плотность, вязкость*. Температура плавления при наличии примесей в исследуемом веществе, как правило, понижается, а температура кипения повышается и соответственно эти значения отличаются от постоянных значений чистых веществ. Плотность и вязкость взаимозависимые величины также будут отличаться при наличии примесей от своих постоянных значений для чистых веществ.

Глава 1. Методы очистки вещества

Наиболее применяемыми методами очистки вещества являются:

- для твердых веществ перекристаллизация и возгонка (сублимация);
- для жидких веществ фильтрование, декантация и перегонка (дистилляция);
- для газов или паров поглощение примесей различными веществами.

1.1 Перекристаллизация.

Сущность данного процесса очистки вещества состоит в том, что кристаллическое вещество растворяют в подходящем растворителе с последующим выделением этого же вещества из раствора. Для неорганических веществ таким растворителем является вода.

Метод перекристаллизации основан на разной растворимости веществ, зависящей от температуры. Если растворимость веществ значительно уменьшается при понижении температуры (например, KNO_3 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), то перекристаллизацию проводят охлаждением горячих концентрированных растворов. Если же растворимость изменяется незначительно при изменении температуры (например, NaCl), то раствор сначала упаривают, а затем охлаждают. Получающиеся кристаллы будут содержать меньше примесей, чем исходное вещество, так как при охлаждении маточный раствор бывает насыщенным относительно основного вещества и ненасыщенным относительно

примесей. При быстром охлаждении образуются крупные кристаллы, содержащие небольшое количество маточного раствора, которые в свою очередь содержат примеси. При быстром охлаждении образуются менее крупные кристаллы, почти не содержащие примесей.

1.2 Возгонка и (или) сублимация.

Возгонка и (или) сублимация (от лат. *sublimo* – возношу) – это процесс перехода твердого вещества, минуя стадию жидкости в паро- или газообразное состояние (переход первого рода), часто с последующим обратным переходом в твердое состояние. Этот метод можно применять к таким веществам, которые при нагревании переходят в пар без плавления и затем при охлаждении снова кристаллизуются, но уже освобожденные от нелетучих примесей. Возгонка чаще всего проводится в вытяжном шкафу. Также часто возгонку проводят в присутствии веществ, которые химически реагируют с примесями.

1.3 Фильтрация и перегонка (дистилляция).

Жидкость от взвешенных в ней веществ отделяют **фильтрованием**, от растворенных – перегонкой или дистилляцией.

Сущность фильтрации состоит в том, что жидкость с находящимися в ней частицами твердого вещества (возможно основные примеси) пропускают через пористую структуру (кварцевый песок, кварцевые фильтровальные тигли, керамические и фарфоровые фильтры, поливинилхлоридные, бумажные фильтры и пр.). Кроме того, на процесс фильтрации влияют различные факторы:

- вязкость исходного раствора (чем выше вязкость, тем труднее фильтруется жидкость);
- температура (чем ниже температура, тем выше вязкость раствора);
- давление (чем выше давление, тем быстрее фильтруется жидкость; поэтому фильтрацию часто проводят под вакуумом или под давлением);
- величина частиц твердого вещества, находящегося в жидкости (если размер частиц превышает размер пор фильтра, то фильтрация идет быстро.

Приближение размера частиц к диаметру пор фильтра замедляет скорость фильтрования, а порой фильтрование и прекращается);

- свойства адсорбции фильтруемого вещества;
- природа вещества.

Фильтрующие материалы могут быть разделены на два основных класса: 1 – сыпучие и 2 – пористые, а также 1 – неорганические и 2 – органические. Неорганические фильтрующие материалы особенно пригодны для фильтрования жидких веществ и растворов, нагретых до температур, превышающих 100 °С. Наибольшее распространение получили бумажные фильтры (обычные и беззольные). На пачках с такой фильтровальной бумагой обязательно указывается масса золы. Если в указанной массе после запятой стоят четыре нуля, то бумага считается беззольной. По этому показателю приняты следующие условные обозначения фильтровальной бумаги:

- *розовая (красная) или черная лента* – быстрофильтрующие фильтры (диаметр пор ~ 10 мкм);
- *белая лента* – бумага средней проницаемости (диаметр пор ~ 3 мкм);
- *синяя лента* – плотные фильтры, медленнофильтрующие и предназначенные для мелкозернистых осадков (диаметр пор ~ 1 – 2,5 мкм);
- *желтая лента* – обезжиренные фильтры.

Для концентрированных кислот и щелочей используют фильтры из поливинилхлорида, политетрафторэтилена, полиэтиленовые и пр.

Для сложных студенистых осадков используют ультрафильтрацию, используя ультрапористые фильтрующие материалы – мембранные фильтры, ультратонкие фильтры и пр.

Кроме фильтрования, разделение смеси жидкого и твердого веществ возможно путем центрифугирования с помощью приборов – центрифуг.

Метод очистки веществ перегонкой или дистилляцией основан на испарении жидкости при нагревании с последующей конденсацией образующихся паров. Перегонка является одним из способов получения химически чистого вещества. Различают три способа перегонки жидкости: 1 –

под обыкновенным давлением, 2 – под уменьшенным давлением, 3 – с водяным паром. Для перегонки и дистилляции используют специальные установки, и следует строго соблюдать ряд условий, например:

1 – прибор для перегонки должен быть собран правильно и аккуратно, места соединений должны быть хорошо герметизированы;

2 – нагревание огнеопасных жидкостей надо вести без огня, на предварительно нагретой водяной или иной бане; при использовании нагревания его необходимо вести медленно;

3 – используемый термометр должен быть помещен вдоль оси горла колбы Вюрца и не касаться ее стенок; резервуар термометра должен находиться на одном уровне с отводной трубкой или немного ниже ее;

4 – в колбу необходимо положить 3 - 4 капилляра или какие-либо другие «кипелки»;

5 – при использовании вакуумных насосов проверять герметичность и установки и соединений;

6 – при обычном давлении можно перегонять только те вещества, которые при нагревании не претерпевают каких-либо изменений и не разлагаются;

7 – по окончании перегонки выключают нагревательный прибор; если перегонка ведется с вакуумным насосом, то прибор отключают от вакуумного насоса, а затем очень осторожно и медленно впускают воздух, наблюдая за манометром;

8 – при разборке прибора, прежде всего, отделяют приемник, а затем последовательно колбу для перегонки, из которой сразу же вынимают термометр и капилляры.

Также применяют и *метод декантации* для отделения твердых нерастворимых частиц от жидкостей, при этом твердое вещество имеет, как правило, большую плотность, чем жидкость. Метод заключается в отстаивании осадка и последующей декантацией (сливанием) надосадочной жидкости.

1.4 Методы очистки газообразных веществ от примесей.

Очистка газообразных веществ от примесей заключается в том, что поток газа пропускают через поглотительные сосуды, содержащие твердые или жидкие поглотители. Процесс очистки газа включает высушивание, удаление воздуха и специфических примесей, образующихся при получении газа.

Довольно часто нежелательной примесью в веществах является вода, которая может задерживать течение некоторых реакций или вызывать ряд побочных реакций, мешающих основной. С другой стороны, определяя содержание воды в веществе, можно получить ценные данные для его характеристики, например, судить о степени чистоты вещества, если оно дает с водой характерное кристаллизационное соединение. Для удаления воды из газообразных веществ и паров, а в некоторых случаях и из жидкостей, пользуются следующими методами высушивания:

1 – высушивание путем адсорбционного поглощения воды (пропускают газ или пары через адсорбент с развитой поверхностью, адсорбирующий воду и не адсорбирующий высушиваемые вещества);

2 – высушивание путем химического связывания воды (вода, присутствующая в газах, парах или жидкостях реагирует с третьим веществом, нейтральным в химическом отношении к высушиваемому веществу);

3 – высушивание путем поглощения паров воды гигроскопическими веществами (основан на способности некоторых веществ усиленно поглощать воду или ее пары, образуя с ней кристаллизационные соединения или гидраты, например, такими веществами являются концентрированная серная кислота и некоторые соли – CaCl_2 , силикагель и др.);

4 – высушивание путем испарения воды при низких температурах (применяется при высушивании негигроскопических веществ, не выдерживающих нагревания до $50 - 60\text{ }^{\circ}\text{C}$);

5 – высушивание путем испарения воды при нагревании при температуре $105 - 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ и выше;

б – высушивание при вымораживании (основано на охлаждении газов или жидкостей, содержащих воду, которая образует кристаллы льда, которые можно убрать различными путями).

Существуют и специальные методы очистки веществ, например, диализ, осаждение малорастворимых веществ, комплексообразование, метод образования летучих соединений, зонная плавка, хроматография и некоторые другие. Надо отметить, что практически абсолютно чистых веществ не существует, но масса примесей в различных образцах может быть различной.

Для веществ, вырабатываемых химической промышленностью, принята определенная классификация по степени чистоты вещества (по содержанию примесей). Так, вещества, содержащие большую массу примесей, называются техническими. По мере уменьшения массы примесей и увеличения степени чистоты вещества получают следующие категории: «чистый» (ч.), «чистый для анализа» (ч.д.а.), «химически чистый» (х.ч.). Содержание примесей в этих категориях веществ устанавливается ГОСТом.

Глава 2. Методы определения чистоты вещества

2.1 Определение степени чистоты вещества по его плотности.

Плотность (ρ) – физическая величина, определяемая для однородного вещества его массой в единице объема (величина, обратная удельному объему вещества).

Отношение плотностей двух веществ, при определенных стандартных физических условиях, называется относительной плотностью.

Плотность неоднородного вещества это предел отношения массы и объема, когда последний, стягивается в точку, в которой измеряется плотность. Средняя плотность неоднородного вещества есть отношение массы вещества к его объему.

Для жидких и твердых веществ ее измеряют при температуре (t), как правило, по отношению к плотности дистиллированной воды при 4 °С (d_4^t), для

газов – по отношению к плотности сухого воздуха или водорода при нормальных условиях ($T = 273,15 \text{ K}$, $\rho = 1,01410^5 \text{ Па}$).

Для сыпучих и пористых веществ различают следующие плотности:

- истинную (масса единицы объема плотного материала, не содержащего пор);
- кажущуюся или объемную массу (масса единицы объема, пористого материала из зерен или гранул);
- насыпную (масса единицы объема слоя материала).

Одной из важнейших характеристик кристаллических веществ служит рентгеновская плотность, которая определяется рентгенографически. Она представляет собой отношение массы атомов, находящихся в элементарной ячейке кристалла кристаллического вещества, к ее объему, и выражается в обычных единицах плотности.

Плотность веществ обычно уменьшается с ростом температуры (из-за теплового расширения тел) и увеличивается с повышением давления. При переходе из одного агрегатного состояния в другое плотность изменяется скачкообразно.

Единицей плотности в международной системе единиц служит кг/м^3 ; на практике чаще применяются следующие единицы: г/см^3 , г/мл , г/л , т/м^3 .

Плотность разных веществ и материалов изменяется в широком диапазоне значений (кг/м^3): для жидкостей – от 43,2 (для водорода при минус $240 \text{ }^\circ\text{C}$) до 13395 (ртуть), для газов – от 0,0899 (водород) до 9,81 (радон), для твердых тел – от 240 (пробка) до 22610 (осмий).

Совокупность методов измерений относительной плотности жидкостей и твердых тел называется денсиметрией.

Относительную плотность измеряют ареометрами, пикнометрами и гидростатическими весами.

Стандартная температура, при которой измеряют плотность вещества, равна $20 \text{ }^\circ\text{C}$. Для приведения плотности при этой температуре к плотности, определенной при любой температуре (t), используют формулу:

$$\rho_{20}(d_{20}^t) = \rho_t(d_t^t) [1 - \beta(20 - t)],$$

где β – средний коэффициент объемного теплового расширения.

Относительную плотность разных веществ при температуре 20 °С и соответствующие поправки находят в справочной литературе по таблицам или номограммам.

Для всех химически однородных веществ и растворов при данной температуре относительная плотность постоянна. Поэтому по значениям плотности можно судить о наличии примесей в веществах и о концентрации растворов. Характеристика материалов по плотности весьма важна не только для определения чистоты вещества, но и для суждения о массе готовых продуктов, расчетов некоторых механических свойств материалов, пористости, определения содержания спирта в целом ряду различных видов продуктов и т.д. Это позволяет широко применять плотность в научных исследованиях и в различных отраслях народного хозяйства как средство для проведения различных анализов, для контроля технологических процессов и автоматизации управления ими, для правильной организации системы количественного учета продуктов.

Лабораторная работа № 1

Определение относительной плотности жидких веществ

Цель работы – научиться измерять плотность вещества ареометром и с помощью пикнометра, рассчитывать «водное число» и относительную плотность жидкостей, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ.

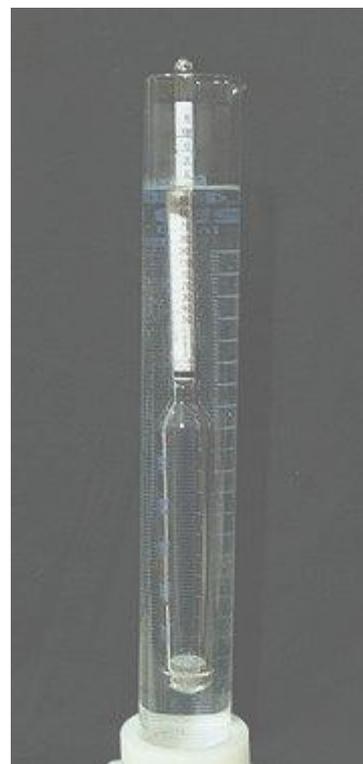
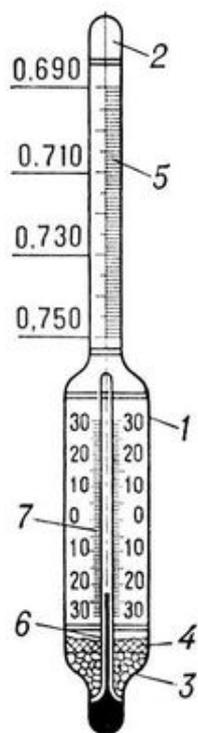
Оборудование: набор ареометров; пикнометры (емкостью 1 или 5 мл); мерные цилиндры емкостью 100 – 250 мл; термометры; фильтровальная бумага; мерные стаканы емкостью 100 мл; пипетки; кристаллизаторы; аналитические весы; проволочные петли; полотенце или чистая тряпочка; термошкаф.

Реактивы: прокипяченная дистиллированная вода; этиленгликоль, глицерин, раствор желатина или другие исследуемые жидкости; спирт этиловый.

Ход работы:

Опыт 1. Определение плотности этиленгликоля ареометром.

Для быстрого определения плотности жидкости применяют ареометры (рис. 3 а, б, в)). Принцип их устройства основан на законе Архимеда. Устройство ареометра показано на рис. 3 а.



(а)

(б)

(в)

Рис. 3. (а) – ареометр – денсиметр (стеклянный): 1 — полый корпус; 2 — трубчатый стержень; 3 — балласт; 4 — связующее вещество; 5 — шкала плотности; 6 — встроенный термометр; 7 — шкала температуры; (б) – виды ареометров; (в) - ареометр, погруженный в цилиндр с исследуемой жидкостью (раствором).

Каждый ареометр изготавливается в расчете на определенный интервал плотностей.

Недостатком ареометра также является необходимость иметь в распоряжении большие количества жидкости.

Ареометр дает вполне верные показания, если он применяется при той температуре, при которой был градуирован, так как объем ареометра несколько изменяется с изменением температуры. Кроме того, на показания ареометра влияют капиллярные явления. Существуют формулы, позволяющие при точных измерениях учесть все перечисленные выше влияния и внести соответствующие поправки, которые могут доходить до нескольких единиц третьего знака после запятой. Обычно же поправки не превышают 1-2 единицы четвертого знака. При работе с ареометром надо соблюдать ряд предосторожностей. Прежде всего, ареометр должен быть чистым для обеспечения хорошего смачивания его поверхности испытуемой жидкостью. Для этого ареометр обмывают спиртом и обтирают чистым полотенцем. Погружение в жидкость следует производить медленно, держа ареометр в руке, и только последние 3-4 мм дать ему пройти под влиянием собственного веса. Отсчет по шкале ареометра производится, как правило, по нижнему краю мениска жидкости. Только при измерении плотности непрозрачных жидкостей отсчет производится по верхнему краю мениска (рис. 3 в).

Выполнение испытания. Заполняют на 4/5 мерный цилиндр исследуемой жидкостью. Подготавливают набор ареометров вышеуказанным способом. Закрепляют нитку на узкую часть ареометра для предотвращения утопления ареометра, если плотность ареометра будет выше плотности исследуемой жидкости. Отмечают температуру, при которой производят измерения, для дальнейшего учета ее влияния на изменение плотности. При установлении мениска жидкости на определенном значении шкалы ареометра, записывают показания в соответствующих единицах измерения.

Опыт 2. Определение плотности этиленгликоля при помощи пикнометра.

Плотность с очень большой точностью определяется при помощи пикнометра емкостью 1 или 5 мл с использованием аналитических весов, являющихся одним из самых точных приборов. При этом данный метод требует определенных затрат времени.

Пикнометром называется флакон, в который может быть налито вполне определенное по объему количество жидкости, уровень которой определяется меткой на горлышке. Существует несколько видов различных пикнометров (рис. 4).

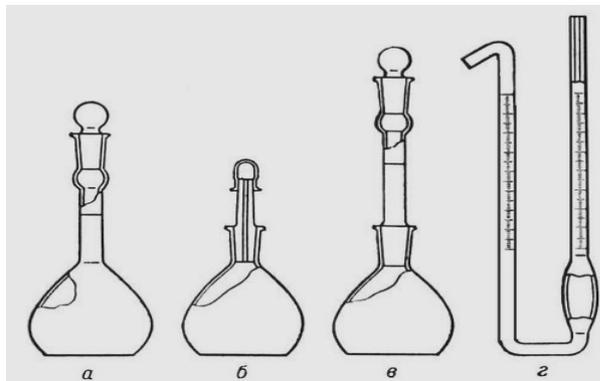


Рис. 4. Пикнометры по ГОСТу 7465—67: а — колбообразный с меткой и глухой притёртой пробкой (для жидкостей); б — колбообразный с капиллярным отверстием в пробке (для жидкостей); в — колбообразный со съёмной горловиной (для твёрдых веществ); г — U-образный капиллярный (для летучих жидкостей).

Сущность работы состоит в определении отношения массы испытуемой жидкости, наполняющей пикнометр, к массе воды в том же объеме. Чистый и сухой пикнометр взвешивают на аналитических весах. Далее определяют «водное число» пикнометра при 4°C (температура максимальной плотности воды). Дистиллированную воду нужно прокипятить предварительно в стакане (для удаления воздуха) и охладить.

Выполнение испытания.

А. Определение «водного числа» пикнометра.

Пикнометр должен быть тщательно вымыт хромой смесью, затем водой, высушен и взвешен на аналитических весах. Затем заполняют пикнометр подготовленной дистиллированной водой и погружают в термостат с водой, закрепив с помощью проволочной петли так, чтобы метка находилась под водой. Температуру воды поддерживают постоянной $- 20^{\circ}\text{C}$ в продолжение 20-30 мин. Когда вода в пикнометре приобретет температуру воды в термостате,

устанавливают уровень воды в пикнометре точно по метке (по нижнему мениску), отбирая лишнюю воду с помощью капилляра или тонкой полоски фильтровальной бумаги. Затем пикнометр закрывают пробкой, вынимают из воды, тщательно вытирают чистой тряпочкой и взвешивают. Удаляют воду из пикнометра, промывают его несколько раз спиртом, сушат в струе теплого воздуха или в термическом шкафу, дают охладиться и снова взвешивают.

«Водное число» пикнометра (N) рассчитывают по формуле:

$$N = \text{масса 1 мл воды при } 20^{\circ}\text{C} / \text{масса 1 мл воды при } 4^{\circ}\text{C},$$

учитывая, что масса 1 мл воды при 4°C равна 0,997 г, а массу воды при 20°C находят как разность масс пикнометра с водой и пустого (с воздухом).

Для данного пикнометра «водное число» является величиной постоянной.

Б. Определение плотности испытуемого вещества.

Чистый сухой пикнометр заполняют испытуемым веществом как это представлено в пункте А для воды. Все последующие операции аналогичны выше описанным. После окончания работы пикнометры тщательно моют и сушат.

Разность масс пикнометра с веществом и пустого дает массу вещества в объеме пикнометра при 20°C (m). Определяется плотность жидкости при 20°C по отношению к воде при 4°C , что обозначается символом d_4^{20} .

Относительную плотность вещества рассчитывают по формуле:

$$d_4^{20} = m / N + 0,0012$$

Например. А. Масса пикнометра с водой – 5,5052 г

Масса пикнометра с воздухом – 3,5021 г

$$\text{«Водное число» } N = (5,5052 - 3,5021) / 0,9970 = 2,0091$$

Б. Масса пикнометра с веществом – 5,2595 г

Масса вещества в объеме пикнометра, г:

$$m = 5,2595 - 3,5021 = 1,7574$$

Относительная плотность вещества:

$$d_4^{20} = 1,7574 / 2,0091 + 0,0012 = 0,8759.$$

По окончании работы сравнивают данные, полученные в опыте 1 и 2. Насколько эти данные различаются?

Находят в справочной таблице (приложение 2) значение плотности для исследуемого вещества, сравнивают полученное значение и справочное, делают вывод о наличии или отсутствии примесей (о степени чистоты вещества), а также общий вывод по выполненной работе.

Вопросы для контроля знаний

1. Что такое плотность вещества?
2. Что называют относительной плотностью?
3. Перечислите виды плотности для сыпучих и пористых материалов.
4. Что такое рентгеновская плотность?
5. Как зависит плотность от температуры и давления?
6. В каких единицах измеряют плотность?
7. При какой температуре измеряют плотность?
8. Как изменяется плотность однородных веществ?
9. Как можно измерять относительную плотность?
10. Что называется денсиметрией?
11. Какой метод измерения относительной плотности является наиболее точным? Какой наиболее быстрым?

2.2 Определение чистоты вещества по его вязкости.

Вязкость – это свойство газов и жидкостей оказывать сопротивление необратимому перемещению одной их части относительно другой при сдвиге, растяжении и других видах деформации. Вязкость характеризуют интенсивностью работы, затрачиваемой на осуществление течения газа или жидкости с определенной скоростью. При ламинарном сдвиговом течении жидкости между двумя плоскопараллельными пластинами верхняя пластина движется с постоянной скоростью (v) под действием силы (F), а нижняя неподвижна, слои жидкости перемещаются с разными скоростями – от максимальной у верхней пластины до нуля у нижней (рис. 5).

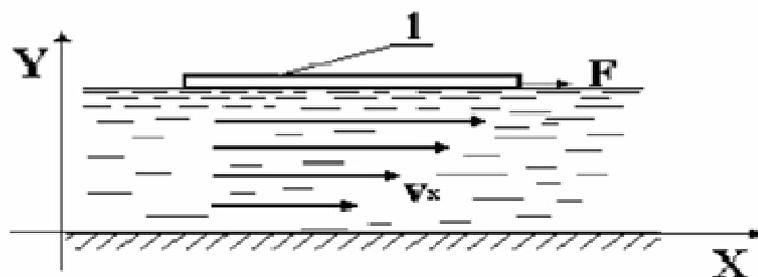


Рис. 5. Схема распределения скоростей движения слоев жидкости:

1 – подвижная пластина, F – сила трения, V_x – проекция скорости на ось x .

При этом касательное напряжение (τ)

$$\tau = F / S,$$

а скорость деформации (γ)

$$\gamma = v / H,$$

где S – площадь пластинок; H – расстояние между пластинами.

Отношение касательного напряжения к скорости деформации (τ/γ) называют динамической вязкостью (η), или коэффициентом вязкости.

Динамическая вязкость (или просто вязкость) служит мерой сопротивления жидкости течению.

В системе СИ значение динамической вязкости (η) выражают в Па·с (паскаль умножить на секунду) или мПа·с = 10^{-3} Па·с; в СГС единицей вязкости является Пуаз (П) – 1 Пуаз = 0,1 Па·с, либо в сто раз меньшее значение сантипуаз (1 сП = 1 мПа·с).

Величину, равную отношению динамической вязкости вещества к его плотности, называют кинематической вязкостью (ν).

Кинематическая вязкость служит мерой сопротивления жидкости течению под влиянием гравитационных сил.

На практике кинематическая вязкость нефтепродуктов определяется в мм²/с (в системе СИ) по формуле $\nu = c \cdot t\tau$ или м²/с, где c – постоянная вискозиметра (мм²/с²), $t\tau$ – среднее арифметическое время истечения нефтепродукта в вискозиметре (секунды). Кроме того, кинематическая вязкость

определяется в стоксах и сантистоксах в секунду (Ст/с или сСт/с; 1 сСт = 1 мм²/с).

Величина обратная вязкости называется текучестью.

Если между касательным напряжением и скоростью деформации имеется линейная зависимость, жидкость называется *ньютоновской*. В общем случае пространственного течения для ньютоновских жидкостей имеет место линейная зависимость между тензорами напряжений и скоростью деформации. Жидкости, для которых указанные зависимости не являются линейными, называются *неньютоновскими*.

Для газов вязкость (η) составляет обычно от 1 до 100 мкПа·с, для воды при 20 °С – 1 МПа·с, для большинства низкомолекулярных жидкостей – до 10 Па·с. Расплавленные металлы по порядку величины η близки к обычным жидкостям.

Вязкость низкомолекулярных жидкостей, относящихся к одному гомологическому ряду, растет примерно линейно с увеличением молекулярной массы вещества. Вязкость также увеличивается с введением в молекулу циклов или полярных групп.

Вязкость разбавленных суспензий и эмульсий линейно возрастает с увеличением относительного объема дисперсной фазы. Вязкость растворов и расплавов полимеров достигает 0,1 МПа·с, каучуков и резиновых смесей, битумов и асфальтов – 100 МПа·с. В отличие от низкомолекулярных гомологов вязкость полимеров растет пропорционально их молекулярной массе не линейно, а в степени 3,5, т.е. гораздо сильнее.

С повышением температуры вязкость газов увеличивается, поскольку она обусловлена интенсивностью теплового движения. С повышением давления вязкость всегда возрастает.

Для многих расплавов и растворов полимеров и коллоидных систем, в отличие от низкомолекулярных жидкостей, вязкость зависит от режима течения (т.е. от τ и $\dot{\gamma}$). Поэтому при характеристике таких сред необходимо указывать условия измерения вязкости (значения τ и $\dot{\gamma}$). Таким образом, различают:

- наибольшую ньютоновскую вязкость (или вязкость неразрушенной структуры), отвечающую предельно низким значениям τ ;
- эффективную вязкость (или структурную), зависящую от уровня действующих в среде напряжений;
- наименьшую ньютоновскую вязкость (или вязкость предельно разрушенной структуры), измеряемую при наиболее интенсивном режиме деформирования, когда вязкость перестает зависеть от τ . Значением вязкости характеризуют переход от некристаллизующихся (переохлажденных) жидкостей из текучего в стеклообразное состояние при охлаждении. Температуру, при которой вязкость достигает $10^{11} - 10^{12}$ Па·с, условно принимают за температуру стеклования. Свойства разбавленных растворов полимеров оценивают так называемой характеристической вязкостью $[\eta]$ («предельным числом вязкости»), которая определяется как:

$$[\eta] = \lim_{C \rightarrow 0} [(\eta - \eta_s) / \eta_s \cdot C]$$

при $C \rightarrow 0$, η_s – вязкость растворителя, а C – концентрация раствора. Величина характеристической вязкости $[\eta]$ связана с размерами и формой макромолекул в растворе и используется для их определения.

Вследствие высокой чувствительности вязкости жидкостей к молекулярной массе и строению молекул ее измерения служат основой физико-химических методов анализа и контроля технологических процессов. Температурная зависимость вязкости – важнейшая характеристика нефтепродуктов, особенно смазочных материалов.

Лабораторная работа № 2

Определение вязкости при помощи капиллярного вискозиметра

Цель работы – научиться определять вязкость жидкости капиллярным вискозиметром, рассчитывать вязкость по формуле с учетом относительной плотности стандартной и исследуемой жидкости, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ.

Оборудование: капиллярные вискозиметры; металлические штативы; мерные стаканы емкостью 100 мл; пипетки; резиновые груши; термощкаф.

Реактивы: дистиллированная вода; этиленгликоль, глицерин, раствор желатина или другие исследуемые жидкости; спирт этиловый.

Ход работы:

Определение вязкости можно производить по скорости истечения жидкости через капилляр.

Прибором для измерения относительной вязкости может служить капиллярный вискозиметр (рис. 6), который представляет собой сообщающиеся стеклянные трубки 1 и 2. Трубка 1 имеет расширение А, переходящее в капилляр bc. Через трубку 2 исследуемая жидкость протекает под влиянием собственной тяжести в трубку 1. Выше и ниже расширения А на трубке 1 имеются метки а и b. Объем расширенной части трубки обычно равен 3-4 мм.

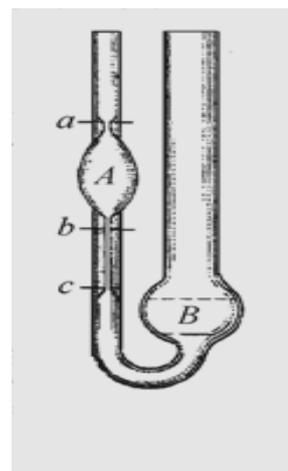
Рис. 6. Капиллярный вискозиметр Оствальда – Пинкевича, где:

А – расширение первой трубки

В – расширение второй трубки

а и b - верхняя и нижняя метки

bc - капилляр



В цилиндрических капиллярах для ламинарного протекания жидкости существует зависимость, эмпирически установленная Пуазейлем:

$$V = (\pi \cdot r^4 \cdot F / 8 \cdot \eta \cdot l) \cdot t \quad (1)$$

где V – объем жидкости, вытекающей из капилляра, м³; r – радиус капилляра, мм; F – сила, под действием которой движется жидкость, Н; t – время протекания, сек.; l – длина капилляра, мм.

Отсюда

$$\eta = (\pi \cdot r^4 \cdot F \cdot t) / (8 \cdot V \cdot l) \quad \text{и} \quad t = (8 \cdot \eta \cdot l \cdot V) / (\pi \cdot r^4 \cdot F) \quad (2)$$

Относительную вязкость можно определить по времени протекания одинаковых объемов испытуемой и стандартной жидкостей через один и тот же капилляр. В качестве стандартной жидкости для вязких растворов обычно

принимают воду. Метод измерения относительной вязкости основан на том, что при соблюдении указанных выше условий V , r , l представляют собой постоянные величины, т.е.

$$\pi \cdot r / 8 \cdot V \cdot l = K,$$

где K – постоянная величина.

Отсюда формула (2) принимает вид

$$\eta = K \cdot F \cdot t,$$

и для относительной вязкости получают:

$$\eta / \eta_{H_2O} = (K \cdot F \cdot t) / (K \cdot F_{H_2O} \cdot t_{H_2O}) = (F \cdot t) / (F_{H_2O} \cdot t_{H_2O}),$$

где η_{H_2O} , F_{H_2O} , t_{H_2O} относятся к воде, а η , F , t – к испытуемой жидкости.

Если жидкости вытекают под влиянием собственной тяжести при разных высотах столба жидкости, то отношение давлений можно заменить отношением плотностей (ρ):

$$F / F_{H_2O} = \rho / \rho_{H_2O}$$

Следовательно,

$$\eta / \eta_{H_2O} = \rho \cdot t / \rho_{H_2O} \cdot t_{H_2O},$$

откуда

$$\eta = \eta_{H_2O} \cdot [(\rho \cdot t) / (\rho_{H_2O} \cdot t_{H_2O})],$$

или, принимая коэффициент вязкости воды за 1 сантипуаз (сП), получают: $\eta = (\rho \cdot t) / (\rho_{H_2O} \cdot t_{H_2O})$ (3)

Установив время истечения некоторого объема воды (по секундомеру) и такого же объема исследуемой жидкости и зная ее плотность (плотность воды можно принять за единицу), определяют по формуле (3) коэффициент вязкости (относительную вязкость) исследуемой жидкости.

Выполнение опыта.

а) Задание: приготовить раствор заданного вещества и определить его вязкость. Относительную плотность вещества, необходимую для расчета вязкости, определяют в лабораторной работе № 1, используют тот же самый раствор;

б) Перед работой вискозиметр необходимо промыть хромовой месью и дистиллированной водой, а затем просушить в сушильном шкафу. Вискозиметр укрепляют вертикально в термостате, в котором вода нагрета до определенной температуры, и наливают пипеткой несколько миллилитров исследуемой жидкости в трубку 2.

Когда жидкость нагреется до желаемой температуры, ее засасывают вверх по узкой трубке точно до метки 5. Время, необходимое для понижения уровня жидкости от метки 5 до метки 6, измеряют секундомером.

Затем жидкость снова «засасывают» вверх по узкой трубке и повторяют определение, делая это до тех пор, пока не будут получаться близкие значения (не менее трех раз). Так находят сначала время истечения воды по капилляру (при определенной температуре), затем время истечения исследуемой жидкости.

Все данные заносят в таблицу по форме:

Данные наблюдений при определении относительной вязкости

Название жидкости	Время протекания, сек	Плотность жидкости, г/см ³	Относительная вязкость (η), сП
1	2	3	4
Вода	1. 2. 3.		
	Среднее арифметическое		
Исследуемое вещество	1. 2. 3.		
	Среднее арифметическое		

По формуле (3) $\eta = \rho \cdot t_{(средн.)} / \rho_{H_2O} \cdot t_{H_2O(средн.)}$ с использованием полученных данных рассчитывают относительную вязкость (в сП). Находят в справочной таблице (приложение 2) значение вязкости для исследуемого вещества, сравнивают полученное значение и справочное, делают вывод о наличии или отсутствии примесей (о степени чистоты вещества), а также общий вывод по выполненной работе.

в) При определении кинематической вязкости *нефтепродукта* время истечения определяют не менее трех раз (время истечения должно быть не менее 200 секунд). Кинематическую вязкость ν (мм²/с) испытуемого нефтепродукта определяют по формуле:

$$\nu = c \cdot t_r,$$

где c – постоянная вискозиметра, взятая из аннотации к вискозиметру (мм²/с²), t_r – среднее арифметическое время истечения нефтепродукта в вискозиметре, с.

Вопросы для контроля знаний

1. Что такое вязкость?
2. Чем характеризуют вязкость?
3. Какую жидкость называют ньютоновской, какую неньютоновской?
4. Что называют динамической вязкостью?
5. Что называют кинематической вязкостью?
6. Что такое текучесть?
7. В каких единицах измеряют вязкость?
8. Как зависит вязкость от природы вещества?
9. Как влияют температура и давление на вязкость вещества?
10. От чего зависит вязкость растворов и расплавов полимеров?
11. Что такое характеристическая вязкость?
12. Как в лабораторных условиях измерить вязкость? Какие требования предъявляются к таким измерениям?

2.3 Определение чистоты вещества по температуре плавления.

Плавление – это переход вещества из твердого кристаллического состояния в жидкое при нагревании. Плавление – фазовый переход первого рода, происходящий с поглощением теплоты. Если состав плавящегося вещества не изменяется, плавление называют *конгруэнтным*, если изменяется – *инконгруэнтным*.

Плавлению предшествует интенсивное разупорядочивание кристаллов вещества (так называемое *предплавление*), проявление жидких микроучастков

на поверхности кристаллов и вблизи межкристаллических границ. По мере нагревания микроучастки укрупняются и сливаются, формируя жидкую фазу, а кристаллы рассыпаются на фрагменты и веществу при уменьшаются в размерах, до полного исчезновения. Теплота, подводимая при плавлении, расходуется в основном на разрыв межатомных связей, а не на его нагревание. Поэтому плавление для чистых веществ совершается при постоянной температуре, которая называется *температурой плавления*.

Температурой плавления считают температуру, при которой вещество переходит в условиях равновесия в жидкое состояние ($T_{пл.}$).

Температура плавления определяется природой вещества и зависит от внешнего давления. Она является характеристикой тел, находящихся только в твердом состоянии и для высокомолекулярных соединений.

Плавление сопровождается поглощением тепла, таким образом, теплотой плавления ($L_{пл.}$) называется количество энергии, необходимое для плавления вещества при постоянной температуре, как правило, ее относят к одному молу вещества. Зависимость температуры плавления от давления (P) определяется уравнением Клапейрона-Клаузиуса:

$$\frac{dT}{dP} = \frac{T_0(V_{ж} - V_{т})}{L_{пл.}},$$

где T_0 – температура плавления при нормальном атмосферном давлении;

$V_{ж}$ – удельный объем жидкости;

$V_{т}$ – удельный объем твёрдого тела.

Из этого уравнения следует, что если $V_{ж} > V_{т}$, то с ростом давления температура плавления повышается, а при $V_{ж} < V_{т}$ температура плавления понижается. Рост удельного объема при плавлении ($V_{ж} > V_{т}$) характерен для большинства твердых тел, тогда как уменьшение удельного объема ($V_{ж} < V_{т}$) свойственно лишь некоторым твердым телам. К таким телам относятся обычный лед, магний, висмут, сурьма, галлий и некоторые сплавы, например,

некоторые марки чугуна. Для таких тел с ростом давления температура плавления увеличивается.

Для чистого кристаллического вещества температурный интервал от момента начала плавления до полного расплавления обычно не превышает $0,5^{\circ}\text{C}$. Вещества, содержащие примеси, не обладают резкой температурой плавления и обычно плавятся в пределах нескольких градусов. Поэтому по температуре плавления можно судить о чистоте вещества. Это неприменимо к полимерам. Кристаллические полимеры плавятся в *интервале температур*, который определяется молекулярно-массовым распределением и размерами кристаллитов полимеров.

Неорганические простые вещества плавятся при температурах от минус 271°C (гелий) до плюс 3380°C (вольфрам).

Органические вещества плавятся в интервале температур от минус 190°C до плюс 280°C .

Наиболее низкой температурой плавления обладают вещества, имеющие молекулярную кристаллическую решетку, так как связь между этими частицами наиболее слабая (водород – минус 259°C , вода – 0°C , аммиак – плюс 78°C , серная кислота – плюс $10,3^{\circ}\text{C}$). Таким образом, молекулярные кристаллы с температурой плавления выше 300°C почти отсутствуют. У веществ, имеющих кристаллическую решетку, обусловленную ионной или ковалентной связью, как правило, нет температур плавления ниже 300°C (хлорид серебра – плюс 455°C , оксид магния – плюс 2825°C и т.д.).

В молекулярных кристаллах неполярных веществ температура плавления, в общем, повышается с увеличением размера молекул, хотя и не всегда плавно. С увеличением полярности молекул, а в особенности с образованием водородной связи в кристаллах температура плавления повышается. Ионные кристаллы, состоящие из двухзарядных ионов, обладают более высокой температурой плавления (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{2+}), чем кристаллы, состоящие из однозарядных ионов (Na^{+} , K^{+} , Cu^{+}).

Наиболее высокими температурами плавления обладают некоторые группы соединений с атомной кристаллической решеткой (алмаз – 3500 °С, карбиды металлов, например, карбид гафния 3890 °С; нитриды, например, нитрид титана 3220 °С; бориды d-металлов не имеют температур плавления ниже 2000 °С).

Большинство металлов обладает высокими температурами плавления (кальций – 849 °С, железо – 1536 °С, калий – 63,2 °С, натрий – 97,8 °С, магний – 651 °С и т.д.). Плавление металлов всегда происходит при той температуре, при которой тепловое движение частиц усиливается, т.е. температуры плавления металлов сильно различаются в значениях и коррелируются с их способностью расширяться при нагревании.

Следует сказать, что не все модификации кристаллических веществ могут переходить в жидкое состояние. Известен ряд веществ, которые ни при каких условиях не удастся нагреть до температуры плавления, вследствие их разложения при более низких температурах, например, кристаллический йод.

Лабораторная работа № 3

Определение температуры плавления

Цель работы – научиться определять температуру плавления твердых веществ в капилляре, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ по определяемой константе.

Оборудование: электроплиты с асбестовыми сетками; круглые колбы (либо круглодонные с удлиненным горлом), наполненные глицерином; металлические штативы; термометры (0 °С – 300 °С), вставленные в пробки с прорезями; большие пробирки; капилляры.

Реактивы: бензойная и малоновая кислота, нафталин, мочевины или другие кристаллические вещества по выбору преподавателя.

Ход работы:

Температуру плавления кристаллического вещества обычно определяют в капилляре, который вытягивают из тщательно вымытой и высушенной тонкостенной стеклянной трубки диаметром около 10 мм. Внутренний диаметр

капилляра должен быть около 1 мм, длина 40 – 50 мм. Капилляры запаивают с одного конца.

Исследуемое вещество растирают в ступке в тонкий порошок. Для заполнения капилляра его открытый конец погружают в кучку порошка, при этом некоторое количество вещества попадает в верхнюю часть капилляра. Далее перевертывают капилляр открытым концом вверх, берут узкую длинную стеклянную трубку (длиной 30 - 40 см), ставят вертикально на стол и опускают капилляр в ее верхнее отверстие. В результате удара капилляра наполненным концом о стол вещество уплотняется. Повторяя этот прием несколько раз, добиваются получения плотного слоя вещества на дне капилляра.

Высота плотного слоя должна быть 2-3 мм. Следует наполнить два капилляра. Капилляр прикрепляют к термометру колечком из резиновой трубки (шириной 1-2 мм) – так, чтобы столбик вещества находился на уровне середины ртутного шарика термометра.

Определение температуры плавления производят в приборе (рис. 7).

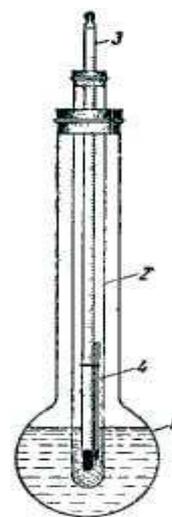


Рис. 7. Прибор для определения температуры плавления

Прибор состоит из круглой колбы с глицерином (1), пробирки, вставленной в колбу (2), термометра, укрепленного в пробирке при помощи пробки с прорезом (3) и капилляра, закрепленного резиновым кольцом на ртутной части термометра (4).

Нагревание ведут обязательно на асбестовой сетке так, чтобы температура повышалась медленно.

Перед плавлением вещество обычно «съезживается», отстав от стенок капилляра, а затем в самом низу последнего появляется капля жидкости. В этот момент следует отметить на термометре температуру плавления. Первый капилляр употребляют для ориентировочного опыта. Положим, что при этом температура плавления была отмечена в пределах 75 – 80 °С.

После охлаждения прибора укрепляют второй капилляр, нагревают до 65 °С, а затем уменьшают нагрев так, чтобы скорость нагрева не превышала одного градуса в минуту. Отмечают температуру начала плавления вещества.

По заданию преподавателя студент получает неизвестное кристаллическое вещество, определяет его температуру плавления и в справочной таблице (приложение 2) определяет, какое именно это вещество. При установлении вида вещества делает вывод о его степени чистоты, а также общий вывод по выполненной работе.

Вопросы для контроля знаний

1. Что называют плавлением?
2. Что такое температура плавления?
3. Какое плавление называется конгруэнтным? Инконгруэнтным?
4. Что называется теплотой плавления?
5. На что расходуется теплота плавления?
6. Как зависит температура плавления от давления?
7. Охарактеризуйте температуры плавления чистых кристаллических веществ?
8. Как плавятся вещества в зависимости от типа кристаллической решетки?
9. Как плавятся неорганические и органические вещества?
10. Как плавятся кристаллические полимеры?
11. Что такое возгонка (сублимация)?

2.4 Определение чистоты вещества по температуре кипения.

Кипение – переход жидкости пар, образующий в ее объеме структурные элементы (паровые пузыри, пленки, струи). Кипение – фазовый переход 1-го рода. На границе раздела пар–жидкость, фазовый переход при кипении осуществляется путем испарения. Паровые пузырьки растут вследствие испарения в них жидкости, всплывают, и содержащийся в них насыщенный пар переходит в паровую фазу над жидкостью. Кипение – одно из фундаментальных физических явлений, используемое в многочисленных

процессах химической технологии. Так, оно широко используется в растворах и смесях различных веществ.

Местами, в которых возникают зародыши паровой фазы, могут быть газообразные включения, твердые частицы, находящиеся в жидкости, микровпадины на поверхности нагрева и др. На абсолютно смачиваемой поверхности стенок сосуда также образуются сферические пузырьки (формируя паровые «пятна»), как и в объеме жидкости.

С понижением давления уменьшается плотность пара, возрастает минимальный радиус образования зародышей, поверхность нагрева обедняется центрами генерации паровых пузырей. Это приводит к нестабильному кипению, при котором происходит конвективное движение перегретой жидкости, сменяемое бурным вскипанием, инициированным одной или несколькими микровпадинами подходящего радиуса.

С понижением температуры при вскипании жидкости эти микровпадины «выключаются», и снова повторяется цикл перегрева движущейся конвективно жидкости.

Температурой кипения называется температура, при которой происходит кипение жидкости, находящейся под постоянным давлением ($T_{кип}$).

В качестве температуры кипения принимают температуру насыщенного пара над плоской поверхностью жидкости, кипящей при данном давлении. Температура кипения при атмосферном давлении приводится обычно как одна из основных физико-химических характеристик химически чистого вещества, т.е. постоянство температуры кипения жидкости может служить критерием ее чистоты. С возрастанием давления температура кипения увеличивается согласно уравнению Клапейрона-Клаузиуса:

$$dP / dT = L / T\Delta V,$$

где ΔV – изменение объема системы при фазовом переходе;

L – теплота фазового перехода.

Понижение температуры кипения с уменьшением внешнего давления лежит в основе определения барометрического давления.

Различают объемное и поверхностное кипение. Объемное кипение – образование паровых пузырей внутри массы жидкости, поверхностное – парообразование на поверхности нагрева.

Испарение жидкости с той или иной скоростью происходит при всех температурах, кипение – только при температуре, при которой давление насыщенного пара достигает величины внешнего давления (или несколько превосходит его).

Давление насыщенного пара жидкости. Испарение (парообразование) – переход вещества из конденсированной (твердой или жидкой) фазы в газообразную фазу (пар) на свободной поверхности. Испарение – это фазовый переход 1-го рода. Переход твердого тела в газообразное, минуя жидкую фазу, называется возгонкой, а последующее осаждение его (также минуя жидкую фазу) в твердой форме называют сублимацией. Обычно под испарением понимают парообразование на свободной поверхности жидкости в результате теплового движения ее молекул при температуре ниже точки кипения, соответствующей давлению газовой среды, расположенной над указанной поверхностью.

В жидкости, находящейся в открытом сосуде, молекулы непрерывно движутся. Каждая из молекул. Расположенных во внутренних слоях жидкости, движется беспорядочно во всех направлениях, так как испытывает со стороны окружающих молекул притяжение, в среднем одинаковое со всех сторон.

В отличие от этого молекулы, расположенные в поверхностном слое жидкости, испытывают большее притяжение со стороны молекул, расположенных во внутренних слоях жидкости, чем со стороны молекул воздуха (хотя бы из-за меньшей концентрации). При движении в направлении от жидкости к воздуху скорость молекул будет уменьшаться, так как их кинетическая энергия расходуется на преодоление сил притяжения со стороны молекул, расположенных во внутренних слоях жидкости. Количество энергии, необходимое для полного преодоления этих сил, т.е. для отрыва молекулы от жидкости, при комнатной температуре в несколько раз (в 5-15 раз) превосходит

среднюю кинетическую энергию, которой молекулы обладают в таких условиях. В результате подавляющее большинство молекул не может преодолеть этих сил, и только те из них, которые обладают в данный момент энергией, значительно большей, чем средняя для данной температуры, будут в состоянии вылетать из жидкости. Такие молекулы всегда составляют лишь малую долю общего числа молекул (иначе жидкость испарялась бы практически мгновенно, и вещество находилось бы в данных условиях не в жидком, а в газообразном состоянии).

Процесс испарения сопровождается охлаждением, так как молекулы попадают в воздух, потеряв большую часть кинетической энергии своего поступательного движения, и жидкость, теряя наиболее «горячие» молекулы, тоже охлаждается. Поэтому для поддержания начальной температуры необходимо подводить в систему тепло извне. В естественных условиях потеря энергии, происходящая при испарении жидкости, постепенно компенсируется путем притока теплоты от окружающей среды. В результате, если жидкость находится в открытом сосуде, такой процесс приведет к полному ее испарению.

Если жидкость находится в закрытом сосуде, то испарившимся молекулам некуда вылетать, и они постепенно накапливаются в газовом слое. Для большей простоты предположим, что в сосуде отсутствует воздух или другие посторонние вещества, т.е. испарение происходит в вакууме. Молекулы пара, передвигаясь в объеме парообразного слоя, ударяются о стенки сосуда или о поверхность жидкости. Они могут поглотиться жидкостью, т.е. произойдет процесс, обратный испарению – конденсация пара в жидкость. Число молекул, поглощенных жидкостью за данный промежуток времени, будет тем больше, чем больше молекул содержится в единице объема пара. В начальный момент испарения, когда концентрация пара мала, процесс конденсации происходит в слабой степени. Но по мере возрастания концентрации пара увеличивается и число конденсирующихся молекул. В результате скорость процесса конденсации увеличивается и становится равной скорости испарения. Устанавливается состояние равновесия.

Пар, находящийся в равновесии с жидкостью. Называется насыщенным, а жидкость, равновесную с ее паром, иногда называют насыщенной жидкостью. Состоянию равновесия отвечает определенная для данной температуры концентрация пара. Давление пара, находящегося в равновесии с жидкостью (или твердым телом), называется давлением насыщенного пара (раньше использовали термин «упругость насыщенного пара»).

Давление насыщенного пара не зависит от количества взятой жидкости, от количества пара, от наличия и концентрации воздуха или другого газа, инертного по отношению к данному пару.

На давление насыщенного пара оказывают влияние температура, форма (кривизна) поверхности жидкости и наличие в ней электрического заряда. При рассмотрении процесса испарения принимали, что поверхность жидкости является плоской и не обладает зарядом по отношению к окружающей среде. Для этих условий давление насыщенного пара данного вещества при неизменной температуре является величиной постоянной и характерной для него.

Давление насыщенного пара может измеряться в любых единицах давления (*мм рт. ст., бар, Н/м²* и др.).

Если пар не соприкасается с жидкостью, но обладает давлением, равным тому, которое он при этой температуре должен иметь при равновесии с жидкостью, то его тоже называют насыщенным.

Давление насыщенного пара с повышением температуры всегда возрастает.

Лабораторная работа № 4

Определение температуры кипения

Цель работы – научиться определять температуру кипения жидкостей разными методами, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ по определяемой константе.

Оборудование: электроплиты с асбестовыми сетками, либо водяные бани;

круглодонные колбы; большие пробирки; металлические штативы; термометры ($0^{\circ}\text{C} - 100^{\circ}\text{C}$), вставленные в пробки с прорезями; термометры ($0^{\circ}\text{C} - 100^{\circ}\text{C}$), вставленные в пробки с прорезями и с отводной трубкой; спиртовки; кипяtilьные камешки.

Реактивы: дистиллированная вода; этиловый спирт двух разных концентраций; четыреххлористый углерод; хлороформ или другие жидкие вещества по выбору преподавателя.

Ход работы:

Температуру кипения вещества ($T_{\text{кип}}$) можно определить путем его перегонки. Если высушенная жидкость при определенном давлении (нормальном или пониженном) полностью перегоняется при температуре, указанной в справочнике, то с известным основанием можно утверждать, что она является химически чистой. В противном случае жидкость чем-то загрязнена.

Не используя более трудоемкий способ перегонки жидкости, можно определить температуру кипения (для объема жидкости не менее 50 мл и для объема жидкости от 1 до 5 мл) следующими способами.

Опыт 1. Определение температуры кипения воды и этилового спирта.

Для проведения данного опыта необходимо собрать установку, показанную на рисунке 8.

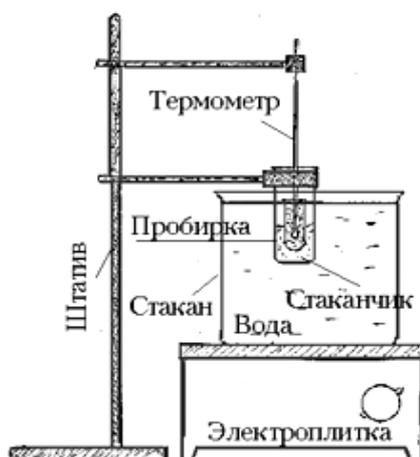


Рис. 8. Прибор для определения температуры кипения

Для этого помещают в большую пробирку от 1 до 5 мл вещества и кипяточный камешек. Вставляют термометр на корковой пробке с вырезом против его шкалы; термометр устанавливают так. Чтобы его резервуар был выше уровня жидкости на 4-5 см и не касался стенок пробирки. Укрепив пробирку слегка наклонно в лапке штатива, осторожно нагревают самую нижнюю часть ее дна очень маленьким пламенем горелки, постепенно доводя жидкость до равномерного кипения.

Удобно под пробирку подвести на кольцо штатива асбестированную сетку с небольшим отверстием (меньше, чем диаметр пробирки) так, чтобы дно пробирки опиралось на края отверстия. Пары кипящей жидкости охлаждаются и конденсируются на термометре и на стенках пробирки. Нагревание регулируют так, чтобы видимое кольцо конденсата поднялось немного выше верха резервуара термометра и капли жидкости стекали с конца термометра непрерывно, но не быстрее, чем 1 капля в 2 – 3 секунды. Когда это достигнуто, столбик ртути в термометре перестанет подниматься.

Если взята чистая жидкость, постоянная температура кипения устанавливается быстро; если же жидкость содержит какие-либо примеси, температура кипения будет изменяться.

Записав показания термометра, прекращают нагревание, дают ртутному столбику термометра снизиться на 10 – 20 °С и повторяют опыт еще два раза для проверки полученной температуры кипения исследуемого вещества и установления среднеарифметического значения. Данные заносят в таблицу.

Взять соответствующие объемы дистиллированной воды, этилового спирта двух неизвестных концентраций I и II и определить их температуры кипения. Сравнить полученные данные со справочными значениями (см. химический справочник). Дополнительно по справочнику определить концентрацию образцов этилового спирта (по температуре кипения ряда спиртов, в том числе и этилового, устанавливают его концентрацию). Полученные результаты занесите в таблицу по форме:

Данные наблюдений при определении температуры кипения

Название исследуемой жидкости	Температура кипения, °С	Температура кипения по справочнику, °С	Концентрация растворенного вещества, % (по справочнику)
Вода дистиллированная	1. 2...		
	Среднее		
Этиловый спирт I	1. 2...		
	Среднее		
Этиловый спирт II	1. 2... Среднее		

Опыт 2. Определение температуры кипения четыреххлористого углерода и хлороформа.

Определение температуры кипения четыреххлористого углерода и хлороформа проводят с помощью прибора, состоящего из круглодонной колбы, имеющей широкое горло. Последнее закрывают пробкой, в которую вставлен термометр и согнутая трубка. Емкость колбы должна быть не менее 50 мл. Жидкость, температуру кипения которой нужно определить, наливают в количестве, равном приблизительно 1/4 объема колбы. При определении температуры кипения чистой жидкости резервуар термометра находится на небольшом расстоянии от поверхности жидкости и не должен ее касаться. Образующиеся пары жидкости уходят через изогнутую трубку.

Если температура кипения жидкости не выше 90 °С, то нагревать ее лучше всего на водяной бане.

Заполнить колбу исследуемой жидкостью на 1/4 ее объема, закрыть пробкой с термометром и трубкой. Закрепить в лапке штатива и поместить в водяную баню для нагревания. Наблюдения за показаниями термометра следует вести в течение не менее 15 мин считать температурой кипения ту, которую будет показывать установившийся столбик ртути. Данные занести в таблицу по форме:

Данные наблюдений при определении температуры кипения

Название жидкости	исследуемой	Температура кипения, °С	Температура кипения по справочнику, °С
	1	2	3
Четыреххлористый углерод			
Хлороформ			

По результатам опытов сделать вывод о степени чистоты исследуемых жидкостей, сравнивая полученные данные со справочными значениями (приложение 2). Сформулировать общий вывод по выполненной работе.

Вопросы для контроля знаний

1. Что называют кипением?
2. Что такое температура кипения?
3. Когда закипает любая жидкость?
4. Какие виды кипения различают?
5. Что называется испарением?
6. Чем отличается процесс испарения от кипения?
7. Что называется насыщенным паром?
8. Что называется давлением насыщенного пара?
9. Как зависит температура кипения от давления?
10. От чего зависит давление насыщенного пара?
11. От чего зависит температура кипения растворов?
12. Почему температура кипения жидкости является константой?

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОСТИ И РАБОТЫ В ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

1. Общие требования безопасности

1.1. К работе в химических лабораториях допускаются студенты, прошедшие инструктаж по технике безопасности с соответствующей записью в специальном журнале.

1.2. Студенты, допущенные к работе в лаборатории, должны работать в халатах, а длинные, мешающие волосы, должны быть убраны.

1.3. При работе в лаборатории возможно воздействие на работающих следующих опасных и вредных производственных факторов:

- химические ожоги при попадании на кожу или в глаза едких химических веществ;
- термические ожоги при неаккуратном пользовании спиртовками и нагревании жидкостей;
- порезы рук при небрежном обращении с лабораторной посудой;
- отравление парами или газами высокотоксичных химических веществ;
- возникновение пожара при неаккуратном обращении с легковоспламеняющимися и горючими жидкостями;

1.4. При работе в лаборатории при необходимости должны использоваться перчатки, очки защитные, защитная одежда и пр.

1.5. В лаборатории должна быть медицинская аптечка с набором необходимых медикаментов и перевязочных средств. Минимальный набор медикаментов должен быть следующим: 1) бинты; 2) гигроскопическая вата; 3) 3%-ный спиртовой раствор йода; 4) 1%-ный раствор уксусной кислоты; 5) 3%-ный раствор бикарбоната натрия; 6) насыщенный раствор борной кислоты; 7) насыщенный раствор марганцевокислого калия; 8) мазь или аэрозоль от ожогов; 9) коллодий; 10) глицерин; 11) вазелин; 12) спирт; 13) касторовое масло; 14) стеклянный "глазок" для промывания глаз.

1.6. Лаборатория должна быть оборудована вытяжным шкафом для хранения кислот, щелочей и проведения опытов с легковоспламеняющимися жидкостями (ЛВЖ) и горючими жидкостями (ГЖ).

1.7. Лаборанты, преподаватели и студенты обязаны соблюдать правила пожарной безопасности, знать места расположения первичных средств пожаротушения. Лаборатория должна быть оснащена первичными средствами пожаротушения: двумя огнетушителями, ведром с песком и двумя накидками из огнезащитной ткани.

1.8. О каждом несчастном случае пострадавший или очевидец обязан немедленно сообщить преподавателю, зав. лабораториями.

1.9. В процессе работы преподаватели, лаборанты и студенты должны соблюдать правила ношения спецодежды, пользования средствами индивидуальной и коллективной защиты, соблюдать правила личной гигиены, содержать в чистоте рабочее место.

2. Требования безопасности перед началом работы

2.1. Надеть обязательно халат, подготовить к работе и проверить исправность оборудования, приборов, убедиться в целостности лабораторной посуды.

2.2. Убедиться в наличии и целостности заземления у приборов.

2.3. Проверить исправность и работу вентиляции вытяжного шкафа.

2.5. Проветрить помещение лаборатории.

3. Требования безопасности во время работы

3.1. Работать в помещении лаборатории разрешается только в присутствии преподавателя.

3.2. Во время работы в лаборатории требуется соблюдать чистоту, порядок и правила охраны труда.

3.3. Нельзя нагревать пробирку с растворами реагирующих веществ на сильном пламени, т.к. при этом жидкость выбрасывается из пробирки, что ведет к потере исследуемого вещества.

3.4. Когда требуется понюхать пахучие вещества, необходимо легким движением ладони руки направить струю воздуха от сосуда к себе.

3.5. Отработанные растворы, остатки кислот, сернистых соединений, соединений ртути и серебра, растворы, содержащие йод и т.д. сливают в специальные банки. Нельзя сливать указанные растворы в раковины, соединённые с общей системой канализации.

3.6. Не допускается выбрасывать в канализацию реактивы, сливать в неё растворы, ЛВЖ и ГЖ. Их необходимо сливать для последующего обезвреживания в стеклянную тару с крышкой ёмкостью не менее 3 л.

3.8. Запрещается хранить любое оборудование на шкафах и в непосредственной близости от реактивов и растворов.

3.9. Приготовливать растворы щелочей, концентрированных кислот и водного раствора аммиака разрешается только с использованием средств индивидуальной защиты в вытяжном шкафу с включенной вентиляцией в фарфоровой лабораторной посуде, причём жидкость большей плотности вливать в жидкость меньшей плотности.

3.10. Работа с кислотами и щелочами:

3.10.1. Для предупреждения ожогов при работе с кислотами и щелочами необходимо пользоваться спецодеждой, очками и другими средствами защиты.

3.10.2. Запрещается хранить растворы щелочей и кислот в тонкостенной стеклянной посуде.

- 3.10.3. При работе пипетками с растворами крепких щелочей и кислот:
- 3.10.4. Запрещается затягивать жидкость ртом.
- 3.10.5. Заполнение пипеток разрешается с помощью резиновой груши или вакуума.
- 3.10.6. При приготовлении растворов кислот (соляной, серной, азотной) необходимо осторожно вливать тонкой струей **кислоты в воду** при непрерывном помешивании, а не наоборот.
- 3.10.7. Растворять твердые щелочи следует путем медленного прибавления их небольшими кусочками к воде при непрерывном перемешивании. Кусочки щелочи разрешается брать только щипцами.
- 3.10.8. При смешивании веществ, сопровождающимся выделением тепла, необходимо пользоваться термостойкой толстостенной стеклянной или фарфоровой посудой.
- 3.10.9. В лабораториях концентрированные кислоты необходимо хранить в склянках на противнях под тягой.
- 3.10.10. На рабочем месте необходимо иметь соответствующие нейтрализующие вещества.
- 3.11. **Работа с легковоспламеняющимися и горючими жидкостями:**
- 3.11.1. Легковоспламеняющиеся и горючие жидкости следует доставлять в лабораторию в закрытой посуде помещенной в таре с ручками.
- 3.11.1. ЛВЖ и ГЖ должны храниться в лабораторных помещениях в толстостенной стеклянной посуде, закрытой пробками
- 3.11.2. Все работы с ЛВЖ и ГЖ проводятся в вытяжном шкафу при работающей вентиляции, выключенных газовых горелках и электронагревательных приборах.
- 3.11.3. При перегонке ЛВЖ и ГЖ необходимо следить за работой холодильника. Во избежание взрыва запрещается выпаривать низкокипящие ЛВЖ досуха. Нагрев и перегонку ЛВЖ и ГЖ проводить на предварительно нагретых банях. Диаметр бани должен превышать размер используемого нагревательного прибора /электрические плитки должны быть **с закрытой спиралью**.
- 3.11.4. Запрещается нагревать на водяных банях вещества, которые могут вступать в реакцию со взрывом или выделением паров или газов.
- 3.11.5. При случайных проливах ЛВЖ /сероуглерод, бензин, диэтиловый эфир и др./, а также при утечках горючих газов необходимо выключить все источники открытого огня, электронагревательные приборы выключением общего рубильника. Место пролива жидкости следует засыпать песком, а загрязненный песок собрать совком или деревянной лопатой.
- 3.11.6. Запрещается внесение пористых, порошкообразных и других подобных им веществ (активированного угля, губчатого металла, пемзы и т.п.) в нагретые ЛВЖ и ГЖ.
- 3.11.7. Запрещается выливать ЛВЖ и ГЖ в хозяйственно-фекальную канализацию, а необходимо собирать в специальную герметично закрывающую-

юся посуду и в конце рабочего дня передавать из лаборатории для регенерации и для уничтожения в соответствии с установленным порядком.

3.12. Работа с использованием спиртового горючего

3.12.1. Перед зажиганием спиртовки нужно удостовериться, что корпус ее исправен, фитиль выпущен на нужную высоту и распушен, а горловина и держатель фитиля сухие.

3.12.2. Зажженную спиртовку нельзя переносить с места на место, нельзя зажигать спиртовку от другой.

3.12.3. Гасить спиртовку нужно, накрывая пламя фитиля колпачком. Задувать пламя запрещается.

3.12.4. В спиртовках используется только этиловый спирт (в крайнем случае керосин, пользоваться бензином или другими горючими жидкостями запрещается).

3.13. Работа со стеклянной посудой.

Основным травмирующим фактором, связанным с использованием стеклянной посуды, аппаратов и приборов, являются острые осколки стекла, способные вызвать порезы тела работающего, а также ожоги рук при неосторожном обращении с нагретыми до высокой температуры частями стеклянной посуды.

3.13.1. Вся посуда, в которой находятся химические вещества, должна иметь маркировку.

3.13.2. При проведении всех работ по сборке приборов необходимо соблюдать следующие правила:

Стеклянные трубки небольшого диаметра можно ломать только после подрезки их специальными ножами /пилой/ для резки стекла, предварительно защитив руки полотенцем.

Для облегчения сборки концы стеклянных трубок необходимо оплавливать и смачивать водой или глицерином.

При соединении стеклянных трубок с просверленной пробкой нужно держать пробку за боковые стороны одной рукой и насаживать ее на трубку, удерживаемую другой рукой.

Оставлять действующий прибор без присмотра не разрешается.

Для отсасывания под вакуумом используются колбы Бунзена, которые изготавливаются из толстого стекла.

3.13.3. Нагревая жидкость в пробирке или колбе, сосуд нужно держать специальным держателем так, чтобы отверстие было направлено в сторону от работающего.

3.13.4. Переносить посуды с горячей жидкостью, нужно держа их двумя руками - одной за дно, другой за горловину, используя при этом полотенце /во избежание ожога кистей и пальцев рук.

3.13.5. При закрывании толстостенного сосуда пробкой следует держать его за верхнюю часть горла. Нагретый сосуд нельзя закрывать притертой пробкой до тех пор, пока он не охладится.

3.13.6. При мытье посуды необходимо надевать резиновые перчатки, а в случае использования агрессивных жидкостей, особенно хромовой смеси или концентрированных щелочей - защитные очки или маску. Для мытья посуды можно применять мыло, кальцинированную соду, моющие средства, а также хромовую смесь, серную кислоту и растворы щелочей, в том числе 5-10 % раствор соды, 10 % раствор фосфата натрия или гексаметофосфата натрия. Для удаления из посуды нерастворимых в воде органических веществ пользуются органическими растворителями, например ацетоном, хлороформом, петролейным эфиром и т.п. Промываемую посуду ополаскивают изнутри несколько раз минимальными порциями подходящего растворителя, после чего сливают его в специальную банку с этикеткой "Слив". Для первых ополаскиваний можно брать уже использованный растворитель, а для последующих чистый.

3.13.7. При переливании жидкостей следует пользоваться воронкой, поставленной в колею штатива над сосудом - приемником жидкости.

3.13.8. В тех случаях, когда реакция идет при нагревании реакционной смеси до кипения или при перегонке, следует пользоваться круглодонными тонкостенными колбами. Толстостенную посуду нагревать нельзя.

3.14. Работа с электрооборудованием и электроприборами в химической лаборатории.

Химическая лаборатория по степени опасности поражения электрическим током относится к помещениям с повышенной или особой опасностью. Особая опасность обусловлена возможностью воздействия на электрооборудование химически активных сред.

3.14.1. Эксплуатация электрооборудования в лаборатории осуществляется в соответствии с требованиями, предъявленными к таким помещениям (правилами техники безопасности при эксплуатации установок потребителей (ПТЭ и ПТБ), а так же правилами устройства электроустановок ПУЭ).

3.14.2. Перед включением любого прибора необходимо убедиться в исправности розеток, вилок, электрических шнуров, заземлении электроприборов.

3.14.3. При нестандартной ситуации необходимо срочно отключить все электроприборы.

3.14.4. При тушении электроприборов, находящихся под напряжением применяют накидки, песок, порошковые и углекислотные огнетушители. Нельзя тушить водой и пенными огнетушителями.

4. Требование безопасности в аварийных ситуациях

4.1. Разлитый водный раствор кислоты или щёлочи засыпать сухим песком, переместить адсорбент от краёв разлива к середине, собрать в полиэтиленовый мешочек и плотно завязать. Место разлива обработать нейтрализующим раствором, а затем промыть водой.

4.2. При разливе ЛВЖ и органических веществ объёмом до 50 мл погасить открытый огонь спиртовки и проветрить помещение. Если разлито более 100 мл, удалить студентов из лаборатории, погасить открытый огонь спиртовки и отключить систему электроснабжения помещения устройством вне лаборатории. Разлитую жидкость засыпать сухим песком или опилками, влажный адсорбент собрать деревянным совком в закрывающуюся тару и проветрить помещение до полного исчезновения запаха.

4.3. При разливе ЛВЖ и их загорании, немедленно эвакуировать студентов из лаборатории, сообщить о пожаре в пожарную часть по телефону "01" и приступить к тушению очага возгорания первичными средствами пожаротушения: применяют песок, накидки, любые огнетушители.

4.4. При загорании твердых горючих веществ (мебель, пол, стены и т.д.) в качестве средств пожаротушения применяют песок, накидки из толстой тка-ни, огнетушители пенные и порошковые, воду.

4.5. В случае если разбилась лабораторная посуда, не собирать её осколки незащищёнными руками, а использовать для этой цели щётку и совок.

4.6. При получении травмы немедленно оказать первую помощь пострадавшему, сообщить об этом зав. лабораториями, начальнику службы безопасности. При необходимости отправить пострадавшего в лечебное учреждение.

5. Требования безопасности по окончании работы

5.1. Привести в порядок рабочее место, убрать все химреактивы на свои места в лаборантскую в закрывающиеся на замки шкафы и сейфы.

5.2. Отработанные растворы реактивов слить в стеклянную тару с крышкой емкостью не менее 3 л для последующего уничтожения.

5.3. Выключить вентиляцию вытяжного шкафа.

5.4. Отключить приборы от электрической сети. При отключении от электророзетки не дергать за электрический шнур.

5.5. Снять халат, средства индивидуальной защиты, если использовали и тщательно вымыть руки с мылом.

5.6. Проветрить помещение лаборатории.

6. Первая помощь при несчастных случаях

6.1. При **порезах стеклом** нужно удалить осколки из ранки и, убедившись, что их там не осталось, смазать пораненное место йодом и перевязать.

6.2. При **горячих ожогах** (небольших) обожженное место следует смазать глицерином или приложить вату, смоченную спиртом. При более сильных ожогах обожженное место нужно смазать мазью от ожогов (нанести аэрозоль) или концентрированным раствором марганцевокислого калия.

6.3. При **ожогах химическими веществами**, особенно кислотами и щелочами, нужно немедленно обмыть пострадавшее место большим количеством

воды, затем обработать 2 %-ным раствором бикарбоната натрия (питьевой соды) и смазать мазью от ожогов или вазелином, а при ожогах щелочью – слабым 1-2 % раствором уксусной кислоты.

6.4. При попадании **кислоты в глаза** немедленно промыть глаза большим количеством воды, а затем 3 %-ным раствором бикарбоната натрия (питьевой соды) и, наконец, чистой водой (удобно пользоваться стеклянным "глазком"). После этого пострадавшего необходимо доставить в медпункт.

6.5. При попадании **щелочи в глаза** немедленно промывают его большим количеством воды и затем насыщенным раствором борной кислоты, после чего впускают в глаз каплю касторового масла.

6.6. При попадании **брома на кожу** нужно немедленно обмыть пораженный участок кожи каким-нибудь растворителем - спиртом, бензолом, бензином и т. д. Хорошо помогает также обтирание пораженного места глицерином или смазывание мазью от ожогов.

6.7. При воспламенении одежды необходимо загасить огонь на горящем (не бегать!), набросив на него одеяло, халат, пальто и пр. Погасив огонь, приступить к оказанию первой помощи.

6.8. Ядовитые вещества могут попасть в организм через пищеварительный тракт, дыхательные пути, иногда через кожу и слизистые оболочки. При всех случаях отравления необходимо доставить пострадавшего в медпункт или вызвать скорую помощь.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Физико-химические константы некоторых органических веществ

Вещество	ρ (г/см ³)	η (сП)	T _{пл.} (°C)	T _{кип.} (°C)	n _D
Глицерин	1,258	945,0	18,18	290,0	1,4735
Этиленгликоль	1,110	16,79	-12,6	197,85	1,4305
Бензол	0,874 ²⁰	0,600	5,533	80,103	1,5011 ²⁰
о-ксилол	0,880	0,756	-25,2	144,4	1,5055
п-ксилол	0,861	0,605	13,3	138,4	1,4958
м-ксилол	0,864	0,581	-48,0	139,1	1,4972
Гексан	0,655	-95,340	68,742	0,2923	1,3723
Гептан	0,679	0,3903	-90,601	98,427	1,3851
Декан	0,730 ²⁰	-26,673	174,123	0,8543	1,4097
Нонан	0,718 ²⁰	-53,535	150,798	0,6665	1,4054 ²⁰
Октан	0,702	-56,795	125,665	0,5136	1,3951
Пентан	0,626 ²⁰	-126,721	36,074	0,2152	1,3575 ²⁰
Хлорметан (хлористый метил)	0,992*	-	-	-23,7	-
Дихлорметан	1,33	0,390	-95,1	40,0	1,4242
Хлороформ	1,480	-63,55	61,15	0,542	1,4433
Четыреххлористый углерод	1,584	-22,87	76,75	0,969 ²⁰	1,4607 ²⁰
Малоновая кислота	-	-	135,6	-	-
Бензойная кислота	-	-	122,4	-	-
Нафталин	-	-	80,28	-	-

Все характеристики относятся к 25 °C, другие температуры (°C) указаны верхним индексом

* При температуре кипения

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Основная литература

1. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ О.Б. Кукина [и др.].— Электрон. текстовые данные.— Воронеж: Воронежский государственный архитектурно-строительный университет, ЭБС АСВ, 2014.— 162 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/30833>.
2. Аналитическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ А.И. Апарнев [и др.].— Электрон. текстовые данные.— Новосибирск: Новосибирский государственный технический университет, 2011.— 104 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/44656>.

Дополнительная литература

1. Березовчук А.В. Физическая химия [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Березовчук А.В.— Электрон. текстовые данные.— Саратов: Научная книга, 2012.— 159 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/8191>. — ЭБС «IPRbooks», по паролю
2. Мельникова М.А. Практикум по общей и аналитической химии : учеб. пособие/ М.А. Мельникова; АмГУ, ИФФ. – Благовещенск: Изд-во Амур. гос. ун-та, 2008. – 128 с.
3. Васильев, В. П. Аналитическая химия: учеб.: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 1 : / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2009. – 368 с.
4. Васильев, В. П. Аналитическая химия: учеб.: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 2: Физико-химические методы анализа / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2009. – 384 с.
5. Харитонов, Юрий Яковлевич. Аналитическая химия (аналитика): В 2 кн.: учеб. для вузов: рек. Мин. обр. РФ. Кн. 1: Общие теоретические основы. Качественный анализ, 2003. – 616 с.
6. Трифонова, А.Н. Аналитическая химия [Электронный ресурс] / А.Н. Трифонова, И.В. Мельситова. – Минск: Вышэйшая школа, 2013. – 160 с.
7. Лурье, Ю. Ю. Справочник по аналитической химии [Текст] / Ю. Ю. Лурье. - 6-е изд., перераб. и доп. – М. : Химия, 1989. – 448 с. – Предм. указ.: с. 436-447.
8. Аналитическая химия: учебное пособие [Электронный ресурс] / А.И. Апарнев, Г.К. Лупенко, Т.П. Александрова, А.А. Казакова. – Новосибирск: НГТУ, 2011. – 104 с.
9. Алыкова, Т.В. Аналитическая химия объектов окружающей среды. Лабораторные работы. Вопросы. Задачи [Текст] / Т.В. Алыкова. – М.: Кнорус, 2016. – 196 с.

ПЕРИОДИЧЕСКАЯ СИСТЕМА ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА

		ГРУППЫ ЭЛЕМЕНТОВ															
Периоды	Ряды	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII								
I	1	H 1.00797 Водород										He 4.0026 Гелий	2				
	II	2	Li 6.941 Литий	Be 9.0122 Бериллий	B 10.811 Бор	C 12.011 Углерод	N 14.0067 Азот	O 15.9994 Кислород	F 18.9984 Фтор				Ne 20.179 Неон	10			
III		3	Na 22.9898 Натрий	Mg 24.305 Магний	Al 26.9815 Алюминий	Si 28.086 Кремний	P 30.9738 Фосфор	S 32.064 Сера	Cl 35.453 Хлор				Ar 39.948 Аргон	18			
	IV	4	K 39.0983 Калий	Ca 40.08 Кальций	Sc 44.956 Скандий	Ti 47.88 Титан	V 50.942 Ванадий	Cr 51.996 Хром	Mn 54.938 Марганец	Fe 55.847 Железо	Co 58.9332 Кобальт	Ni 58.69 Никель		36			
V		5	Rb 85.4678 Рубидий	Cs 132.905 Цезий	Zn 65.38 Цинк	Ga 69.72 Галлий	Ge 72.59 Германий	As 74.9216 Мышьяк	Se 78.96 Селен	Br 79.904 Бром			Kr 83.80 Криптон	36			
	VI	6	Rb 85.4678 Рубидий	Sr 87.62 Стронций	Y 88.9059 Иттрий	Zr 91.22 Цирконий	Nb 92.9064 Нобий	Mo 95.94 Молибден	Tc [98] Технеций	Ru 101.07 Рутений	Rh 102.905 Родий	Pd 106.42 Палладий		54			
VII		7	Ag 107.868 Серебро	Cd 112.40 Кадмий	In 114.82 Индий	Hf 178.49 Гафний	Ta 180.948 Тантал	W 183.85 Вольфрам	Re 186.207 Рений	Os 190.2 Осмий	Ir 192.22 Иридий	Pt 195.09 Платина		86			
	VIII	8	Cs 132.905 Цезий	Ba 137.34 Барий	La* 138.905 Лантан	Hf 178.49 Гафний	Ta 180.948 Тантал	W 183.85 Вольфрам	Re 186.207 Рений	Os 190.2 Осмий	Ir 192.22 Иридий	Pt 195.09 Платина		86			
IX		9	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
	X	10	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
XI		11	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
	XII	12	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
XIII		13	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
	XIV	14	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
XV		15	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
	XVI	16	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
XVII		17	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
	XVIII	18	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
XIX		19	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий
	XX	20	Ra [226] Франций	Ac [227] Актиний	Th 232.038 Торий	Pa [231] Протактиний	U 238.03 Уран	Np [237] Нептуний	Pu [244] Плутоний	Am [243] Америций	Cm [247] Кюрий	Bk [247] Берклий	Cf [251] Калифорний	Es [252] Эйнштейний	Fm [257] Фермий	Mendelevium [261] Менделеев	No [259] Нобелий

Валентина Ивановна Митрофанова,
Доцент кафедры химии и естествознания АмГУ, канд. хим. наук

Аналитическая химия. Лабораторный практикум. . Учебное пособие
для самостоятельной работы студентов.