

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ АРХАНГЕЛЬСКОЙ ОБЛАСТИ
Государственное автономное профессиональное образовательное учреждение
Архангельской области
«Архангельский политехнический техникум»
(ГАПОУ АО «АПТ»)

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ К ЗАНЯТИЯМ УЧЕБНОЙ
ПРАКТИКИ ПО ПМ 01. «ПОДГОТОВКА ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ,
ПРИБОРОВ И ЛАБОРАТОРНОГО ОБОРУДОВАНИЯ»

Архангельск 2019

Методические рекомендации к занятиям учебной практики по ПМ 01. «Подготовка химической посуды, приборов и лабораторного оборудования» для обучающихся по профессии 18.01.02 «Лаборант-эколог», входящей в состав укрупнённой группы профессий СПО 18.00.00. «Химические технологии». / Сост. М.В. Машанова. - Архангельск: ГАПОУ АО «Архангельский политехнический техникум», 2018, - 32 с.

Настоящие методические рекомендации составлены в соответствии с рабочей программой ПМ 01. «Подготовка химической посуды, приборов и лабораторного оборудования» разработанной на основе Федерального государственного образовательного стандарта среднего профессионального образования (далее ФГОС) 240100.02 «Лаборант-эколог», утвержденного приказом министерства образования и науки РФ № 916 от 2 августа 2013 г. (с изменениями и дополнениями, приказ № 272 от 25 марта 2015 г.). по профессии 18.01.02 «Лаборант-эколог», входящей в состав укрупнённой группы профессий СПО 18.00.00. «Химические технологии».

Данные методические рекомендации предназначены для обучающихся первого курса по профессии 18.01.02 «Лаборант-эколог». Они помогут обучающимся приобрести практические навыки экспериментальной работы и обработки экспериментальных данных, усвоить основные правила и приемы работы в химической лаборатории.

Составитель:

Машанова Мария Владимировна-мастер производственного обучения ГАПОУ АО «Архангельский политехнический техникум».

Рассмотрена и рекомендована на заседании предметно-цикловой комиссии преподавателей математического и общего естественнонаучного цикла.

Протокол заседания ПЦК № 5 от «31» января 2019 г.

Председатель ПЦК: Андреева /Андреева Н.И./

Оглавление

Пояснительная записка	4
1. Общие правила работы в химической лаборатории	6
2. Монтаж лабораторных установок.....	8
3. Лабораторная химическая посуда.....	9
4. Подготовка стеклянной посуды к работе.....	15
5. Основные приемы работы в лаборатории.....	16
5.1. Работа со стеклом	16
5.2. Взвешивание.....	17
5.3. Перемешивание.....	19
5.4. Фильтрование	19
5.5. Центрифугирование.....	22
5.6. Промывание осадка	23
5.7. Выпаривание	23
5.8. Высушивание	24
5.9. Прокаливание	24
5.10. Перекристаллизация	25
5.11. Возгонка (сублимация).....	25
5.12. Перегонка (дистилляция)	26
5.13. Экстракция.....	27
Список использованных источников.....	30

Пояснительная записка

Учебная практика проводится концентрированно при освоении профессионального модуля ПМ 01. «Подготовка химической посуды, приборов и лабораторного оборудования».

В процессе практики у обучающихся должны быть сформированы следующие профессиональные компетенции:

ПК1.1. Пользоваться лабораторной посудой различного назначения, мыть и сушить посуду в соответствии с требованиями химического анализа.

ПК 1.2. Выбирать приборы и оборудование для проведения анализов

ПК 1.3. Подготавливать для анализа приборы и оборудование.

В ходе освоения программы учебной практики обучающиеся должны:

иметь практический опыт:

- пользования лабораторной посудой различного назначения;
- мытья и сушки посуды в соответствии с требованиями химического анализа;

-выбора приборов и оборудования для проведения анализов;

-подготовки для анализа приборов и оборудования;

должны уметь:

--готовить растворы для химической очистки посуды;

-мыть химическую посуду;

-обращаться с лабораторной химической посудой;

-подготавливать лабораторное оборудование к проведению анализов;

-пользоваться лабораторными приборами и оборудованием;

- оформлять результаты работы в виде отчета.

Учебная практика профессионального модуля «Подготовка химической посуды, приборов и лабораторного оборудования» включает в себя следующее виды работ:

Обращение с лабораторным оборудованием и инструментарием.

Мытье и сушка лабораторной посуды.

Обработка стеклянного дроба и пробок.

Монтаж лабораторных установок по эскизам.

Весы и взвешивание.

Приемы фильтрации при атмосферном давлении.

Очистка веществ перекристаллизацией.

Очистка веществ возгонкой.

Очистка жидкостей перегонкой.

Разделение компонентов экстракцией.

В данных методических рекомендациях описаны общие правила работы в химической лаборатории, дано краткое теоретическое введение к каждой теме учебной практики, которое при самостоятельной подготовке поможет обучающимся выполнить эти работы.

1. Общие правила работы в химической лаборатории

Лабораторные работы проводят в специально оборудованной химической лаборатории. При работе в лаборатории необходимо знать и строго соблюдать установленные правила. Работать разрешается только после ознакомления с правилами по технике безопасности и правилами работы в химической лаборатории.

Рабочее место содержите в чистоте и порядке, не загромождайте его сумками, свертками и другими посторонними предметами.

Работайте аккуратно, без лишней торопливости, желательно в халате, соблюдайте в лаборатории тишину.

Внимательно наблюдайте за ходом опыта, отмечая и записывая каждую его особенность (выпадение или растворение осадка, изменение окраски, температуры, выделение газа и т.д.). В ходе эксперимента аккуратно ведите записи в рабочем журнале, а не на черновиках или листочках.

Не допускайте попадания химических реактивов на кожу и одежду. Нельзя брать вещества руками и пробовать на вкус

Не уносите на свои рабочие места реактивы общего пользования. Склянки и банки с жидкими и сухими реактивами должны быть всегда закрытыми. Открывайте их только при взятии реактива и сразу же закрывайте. Нельзя закрывать склянки пробками от других реактивов, так как при этом реактивы загрязняются и становятся непригодными для дальнейшего использования. Если нет указаний по дозировке реактивов для данного опыта, то берите их в минимальном количестве.

Запрещается пользоваться реактивами без этикеток или с сомнительными этикетками.

Во всех опытах используйте дистиллированную воду. Сухие реактивы берите только чистым шпателем. Не путайте пробки от склянок с различными реактивами. Излишки реактивов не высыпайте и не выливайте в склянки, из которых они взяты.

Особую осторожность соблюдайте при работе ядовитыми и вредными веществами, с концентрированными кислотами и щелочами. Работать с ними следует в вытяжном шкафу.

При нагревании жидкости в пробирке необходимо держать ее так, чтобы в случае разбрызгивания жидкость не попала на самого экспериментатора и рядом работающих студентов, т.е. отверстие пробирки должно быть направлено в сторону от себя и товарищей. Лучше всего направить его на стенку вытяжного шкафа. Не забывайте пользоваться при этом держателем.

После опытов остатки реактивов сливайте в раковину после разбавления водой. Металлы собирайте в отведенную для этого склянку. Остатки агрессивных

и дорогостоящих реактивов собирайте в специальные склянки.

Не трогайте, не включайте и не выключайте без разрешения рубильники и электрические приборы.

В лаборатории соблюдайте тишину, не занимайтесь посторонними делами, не проводите опыты, не относящиеся к данной лабораторной работе и не описанные в методическом указании.

Подготовку к занятию рекомендуется начинать с изучения теоретического материала, относящегося к данной работе. Необходимо твердо усвоить основные теоретические положения и законы.

Перед выполнением работы следует ознакомиться с методикой проведения эксперимента, изучить принцип действия приборов и установок, понять цель работы. При выполнении лабораторной работы внимательно следите за ходом опыта. В случае неудачной постановки опыта, прежде чем его повторить, установите причину неудачи. После окончания работы необходимо вымыть посуду, привести в порядок рабочее место.

За чистоту и порядок на рабочем месте отвечает обучающийся, а в лаборатории – дежурный обучающийся. Дежурный принимает рабочее место у обучающихся, закончивших выполнение лабораторной работы, и сдает лабораторию мастеру производственного обучения. Кроме того, дежурный должен получить у мастера производственного обучения все необходимое для проведения данной работы, а после окончания занятия все сдать. После выполнения работы обучающийся должен оформить отчет и сдать его мастеру производственного обучения.

Отчет должен содержать следующие сведения:

1. Название работы и дату ее выполнения.
2. Цель работы.
3. Номер и название опыта.
4. Краткое описание хода работы с указанием условий проведения опыта.
5. Рисунки и схемы используемых приборов.
6. Наблюдения и уравнения реакций.
7. Расчеты, таблицы, графики.
8. Выводы.

2. Монтаж лабораторных установок

Для надежной сборки установок обычно используют или штативы Бунзена, или специализированные рамы и стенды. Отдельные части приборов закрепляются при помощи лапок, колец, зажимов, муфт. Рамы и стенды могут быть передвижными или стационарными, устанавливаться на столе, на полу, в вытяжном шкафу, прикрепляться к стене. Крепление к стене удобно тем, что позволяет экономить рабочее пространство рабочего стола или вытяжного шкафа.

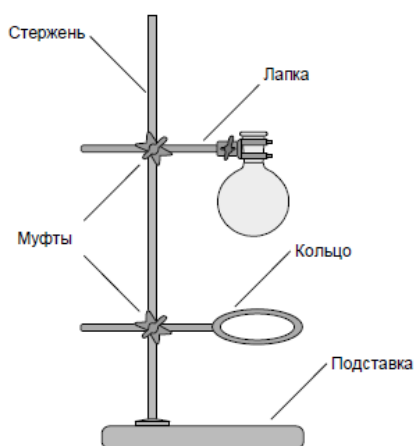


Рисунок 1 - Штатив Бунзена с лапками и кольцами

С целью защиты хрупких стеклянных деталей между лапками/зажимами, кольцами и стеклом вставляют прокладки из резины или войлока. Иногда надевают на лапку кусок резинового шланга или приклеивают кусок резины. Винты закручивают осторожно — только чтобы зафиксировать сосуд или прибор, но не повредить его.

Если в установке используют колбы большой вместимости (более 1 л), то их дополнительно подстраховывают кольцом снизу или, например, колбу опускают в баню, а саму баню ставят на кольцо или подставку.

При монтаже рекомендуется применять как можно меньше лапок. Например, для перегонной установки достаточно трех лапок: для колбы-реактора, колбы-приемника и холодильника.

Регулярно используемые установки лучше всего собирать так, чтобы их не нужно было каждый раз разбирать. Для относительно простых и компактных приборов используют штативы. Если же одного штатива мало, то лучше брать специальные рамы и стойки. Они устойчивее, надежнее и практичнее, чем несколько независимых штативов. Например, аппарат Сокслета для экстракций можно смонтировать на штативе и просто отодвигать его в сторону, когда он не нужен.

3. Лабораторная химическая посуда

В химической лаборатории очень часто приходится работать с посудой из стекла и фарфора. Лабораторную посуду можно подразделить на следующие виды:

1. посуда общего назначения;
2. посуда специального назначения;
3. мерная посуда;
4. фарфоровая посуда.

Остановимся на некоторых видах посуды, чаще всего используемых в лаборатории.

Посуда общего назначения

Посуда общего назначения, всегда должна быть в лаборатории; без нее невозможно провести большинство работ

Пробирки используют для проведения химических опытов с небольшим количеством веществ. Пробирки могут быть цилиндрические и конические. Хранят пробирки в штативах. Перемешивание веществ в них проводят встряхиванием пробирки, нанося небольшой удар пальцем по нижней части пробирки. Моют пробирки с помощью ерша.

Стаканы могут быть разной вместимости (от 1 литра до 25 миллилитров), разной формы, разные по высоте и ширине, термостойкие и нетермостойкие.



Рисунок 2 - Посуда общего назначения (пробирка, стакан химический, коническая колба, воронка)

Колбы бывают разной вместимости (от 1-2 литров до 25 миллилитров) и разной формы: плоскодонные, круглодонные, конические, колбы Вюрца.

Воронки бывают различной формы и размеров, и в зависимости от этого имеют разное назначение. Конические воронки применяют для переливания жидкостей и для фильтрования.

При переливании жидкостей необходимо соблюдать следующие правила:
а) вставлять воронку в горло сосуда так, чтобы оставался зазор между воронкой и горлом сосуда для воздуха, вытесняемого при заполнении емкости жидкостью;
б) не следует воронку заполнять до краев. Делительные воронки применяют для разделения несмешивающихся жидкостей. Для добавления реактива в процессе опыта небольшими порциями используют капельные воронки.

Посуда специального назначения

К этой группе относится посуда, употребляемая для какой-либо одной цели.

Круглодонные колбы используются для нагрева жидкостей и твердых тел до высоких температур и при перегонке под вакуумом. Для специальных работ применяют многогорловые колбы.



Рисунок 3 - Круглодонная колба

Холодильники – приборы, применяемые для охлаждения и конденсации паров. Холодильники, предназначенные для собирания конденсата, называют прямыми, а холодильники, из которых конденсат возвращается в процесс, – обратными.

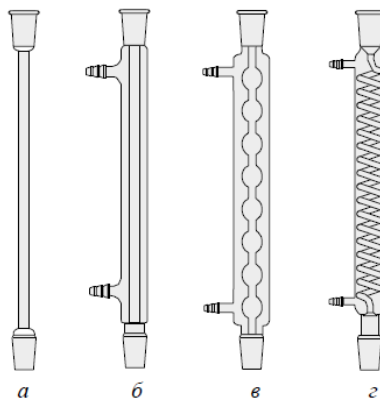


Рисунок 4 - Холодильники: а-воздушный; б-прямой (Либиха); в-шариковый; г-спиральный

Бюксы – стаканчики с пришлифованной крышкой. Они используются в качестве тары для взвешивания жидкостей или веществ, нестойких на воздухе.

Эксикаторы применяют для хранения веществ, легко поглощающих влагу, и для высушивания веществ. Для этого в нижнюю часть эксикатора помещают вещества, которые способны поглощать воду: CaCl_2 (безводный), H_2SO_4 (концентрированная), P_2O_5 . Над водоотнимающим веществом кладут фарфоровый вкладыш, на который ставят бюксы или тигли с веществом. Край

эксикатора и крышки шлифованы и смазаны вазелином, чтобы плотно прилегали друг к другу. Эксикатор закрывают крышкой, сдвигая ее скользящим движением на края эксикатора. Открывая эксикатор, крышку также сдвигают в сторону.



Рисунок 5 - Эксикатор

Колбы для фильтрования в вакууме (колба Бунзена). Перед работой необходимо проверить, чтобы на них не было царапин, трещин, так как при создании вакуума они могут лопнуть.



Рисунок 6 - Колба Бунзена

Промывные склянки используют для промывания, очистки и высушивания газов. Используют их и в качестве предохранителей при работе с вакуум-насосом. В качестве твердых поглотителей применяют прокаленный хлорид кальция, жидких - концентрированную серную кислоту.



Рисунок 7 - Склянка Дрекслея

Мерная посуда

Мерной называют посуду, применяемую для измерения объема жидкости с разной точностью.

Для измерения объема с небольшой точностью применяют мерные цилиндры и мензурки.

Цилиндры и мензурки - градуированные стеклянные сосуды с нанесенными на наружной стенке делениями, указывающими объём в миллилитрах. Их применяют в тех случаях, когда измерение объема жидкости не требует большой точности. Вместимость цилиндров может быть от 10 до 2000 мл, мензурок - от 100 до 1000 мл.

Для точного измерения объема жидкости используют пипетки, бюретки и мерные колбы.

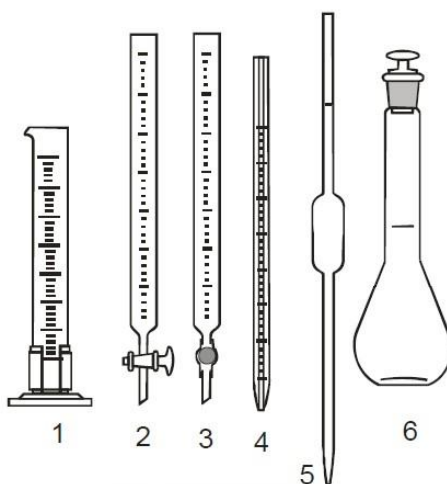


Рисунок 8 - Мерная посуда: 1-цилиндр, 2-бюретка с краном, 3-бюретка с шариком, 4-пипетка градуированная, 5-пипетка Мора, 6- мерная колба

Мерная посуда может быть разной вместимости. В зависимости от объема, который должен быть измерен, подбирается посуда соответствующей вместимости. Мерная посуда градуируется в миллилитрах (мл) или литрах (л). 1 мл соответствует 1 см^3 , а 1 л - 1 дм^3 .

При измерении объема жидкости мерный сосуд необходимо держать в вертикальном положении, а отсчёт вести по нижней части вогнутой поверхности мениска жидкости. Причем глаз наблюдателя должен находиться на одной горизонтальной линии с нижним краем мениска.

Пипетки используют для отмеривания и переноса, точно определенного объема жидкости. Обыкновенная пипетка представляет собой стеклянную трубку небольшого диаметра с расширением посередине или без него, если пипетка небольшой вместимости (от 0,1 до 2-5 мл). Нижний конец пипетки оттянут в капилляр, а на верхнем конце имеется метка, до которой набирают жидкость. Для

отмеривания необходимого объема жидкости нижний конец пипетки, соответствующей вместимости, опускают в жидкость до дна сосуда. С помощью груши (или рта, если раствор не опасен) набирают жидкость, следя за тем, чтобы кончик пипетки все время находился в жидкости. Жидкость набирают выше метки на 2-3 см, затем быстро закрывают верхнее отверстие указательным пальцем, придерживая пипетку большим и средним пальцами. Затем, слегка ослабив нажим указательного пальца, дают жидкости медленно вытекать из пипетки. Как только нижний мениск жидкости дойдет до метки, палец снова плотно прижимают к верхнему отверстию пипетки. Таким образом, с помощью пипетки отбирается необходимый объем жидкости. Затем пипетку вводят в колбу (или стакан), в которую нужно перенести жидкость, отнимают указательный палец от верхнего отверстия пипетки и дают жидкости стечь по стенке колбы. Оставшуюся при этом жидкость в пипетке не выдувают, так как объем пипетки рассчитан на свободное истечение жидкости.

Бюретки применяют при титровании или для того, чтобы отмерить объем жидкости с точностью до 0,05 мл. Бюретка - стеклянная градуированная трубка, нижний конец которой оттянут и на него надета резиновая трубка со стеклянным шариком. Могут быть и бюретки с притертым стеклянным краном.

Перед началом работы бюретки закрепляют в штативе. Заполняют бюретку жидкостью сверху через воронку так, чтобы внутри находился раствор без пузырьков воздуха. Для удаления пузырьков воздуха резиновую трубку изгибают таким образом, чтобы кончик капилляра был направлен вверх, и вытесняют жидкостью весь воздух. Затем бюретку заполняют до нулевой отметки.

Мерные колбы используют для приготовления растворов точной концентрации. Она представляет собой плоскодонную колбу с длинным и узким горлом, на которое нанесена тонкая черта - метка, показывающая границу, до которой следует наливать жидкость, чтобы ее объем при определенной температуре соответствовал объему, указанному на колбе. Для этого в колбу вносят точную навеску сухого вещества или рассчитанный объем исходного более концентрированного раствора. Затем до половины объема колбы наливают дистиллированную воду. Раствор тщательно перемешивают и доливают дистиллированную воду до метки (последние 1-2 мл лучше по каплям с помощью пипетки). Потом плотно закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают раствор, переворачивая колбу несколько раз.

Фарфоровая посуда

К фарфоровой посуде относят тигли, чашки, ступки, кружки, стаканы, воронки Бюхнера и т. д. Чашки и тигли используют для выпаривания жидкостей и прокаливания твердых веществ. Они выдерживают температуру выше 1000°C,

для измельчения твердых веществ используют ступки. Воронки Бюхнера применяют для фильтрования жидкостей под вакуумом.

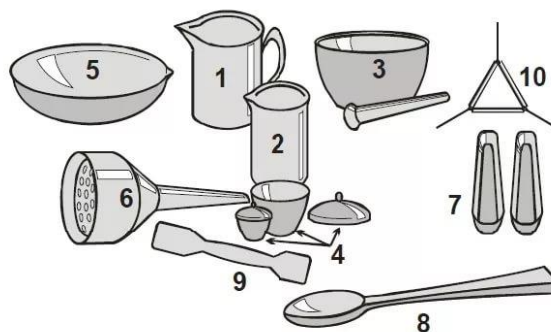


Рисунок 9 - Фарфоровая химическая посуда: 1-кружка, 2-стакан, 3-ступка с пестиком, 4-тигли с крышками, 5-выпарительная чашка, 6-воронка Бюхнера, 7-лодочки, 8-ложка, 9-шпатель, 10- треугольник

4. Подготовка стеклянной посуды к работе

Стеклянная посуда, используемая при химических исследованиях, должна быть чистой.

Механические примеси удаляют специальными щетками (ершиками). Затем посуду моют обычной водой. Если на стенках остаются несмываемые водой жировые пятна, то процесс мытья повторяют, применяя раствор мыла или соды. Для мытья очень грязной посуды используют раствор «хромовой смеси» (раствор $K_2Cr_2O_7$ в концентрированной серной кислоте).

Приготовление хромовой смеси и работа с ней.

Для приготовления хромовой смеси в концентрированную серную кислоту (1:1) добавляют около 3% растертого в порошок $K_2Cr_2O_7$ и в фарфоровой чашке осторожно нагревают на водяной бане до растворения соли. Обработку посуды хромовой смесью следует проводить с большой осторожностью, помня, что при попадании на кожу хромовая смесь вызывает болезненные ожоги, а при попадании на одежду разрушает ткань. Небольшим количеством хромовой смеси обмывают внутреннюю поверхность посуды. Через 5-7 минут хромовую смесь сливают в склянку, в которой она хранится. Посуду 3-5 раз промывают водой, а затем ополаскивают дистиллированной водой. При мытье посуды хромовой смесью нельзя пользоваться ершиками.

Посуда считается чистой, если с внутренних стенок ее при опрокидывании вода стекает сплошной пленкой и на стенках посуды не остается капель воды.

Вытирать вымытую посуду запрещается. Чтобы посуда была сухой, ее помещают в сушильный шкаф. Кроме этого в лаборатории посуду сушат на специальной доске с колышками. Доска обычно размещается над раковиной для мытья посуды. Вымытую посуду надевают на эти колышки и оставляют до тех пор, пока она не высохнет. Чистые пипетки, пробирки, стеклянные палочки после мытья и сушки помещают в специальные подставки (штативы).

Иногда, особенно для измерительной посуды, используют пропаривание водяным паром. Это способствует большей степени очистки посуды и выщелачиванию из стекла его растворимых составных частей. Пропаривание заканчивают, когда на стенках очищаемой посуды не образуются капли воды.

Мыть стеклянную посуду после ее употребления должно быть правилом каждого работающего в лаборатории.

5. Основные приемы работы в лаборатории

5.1. Работа со стеклом

Резка трубок и палочек.

Отмеривают кусок стеклянной трубки или стеклянного дрота нужной длины и делают на них острым напильником надрез одним-двумя движениями напильника к себе, трубку при этом держат в левой руке у самого места надреза, прочно удерживая ее на столе. Не следует пилить трубку напильником, на стекле требуется получить лишь только царапину. Если трубка толстостенная и большого диаметра (более 8-10 мм), на ней делают два надреза на противоположных сторонах, точно друг против друга.

После нанесения надреза трубку берут в обе руки у самой царапины, так, чтобы царапина была между руками, и легко сгибают и одновременно растягивают трубку в стороны, как бы переламывая ее в месте надреза. Обычно трубка или палочка при этом обламываются ровно.

Вместо напильника можно пользоваться специальным стальным ножом для резки стекла. Ножом наносят надрез, как и напильником. Для резки трубок большого диаметра ножом (или напильником) наносят кольцевую царапину по всей окружности трубки. Затем нагревают докрасна кусок железной проволоки, изогнутой в виде полуокружности по диаметру трубки, и обводят ею трубку вдоль царапины. При этом образуется глубокая трещина в месте царапины, и трубка затем легко разламывается, как обычно. Если требуется получить короткую согнутую трубку или палочку, то ее сначала сгибают, нагревая на пламени горелки, а затем обрезают.

Оплавление концов трубок и палочек.

Концы каждой трубки или палочки после резки должны быть оплавлены. Это делается для того, чтобы острые края не могли поранить руки и прорезать резиновые трубки. Для оплавления конец трубки или палочки вводят в пламя горелки и вращают в нем до тех пор, пока не исчезнут острые края.

Иногда конец палочки делают в виде лопатки шпателя или шляпки гвоздя. Для получения лопатки сильно разогревают конец палочки в пламени паяльной горелки до размягчения, а затем на мраморной плите быстро надавливают на размягченный конец металлическим предметом. Для получения шляпки размягченный конец палочки упирают в мраморную плиту и нажимают на нее.

Сгибание трубок. На газовую горелку надевают насадку «ласточкин хвост», дающую расширенное пламя. Трубку вводят в пламя по всей ширине насадки, непрерывно вращая ее. После того как трубка достаточно размягчается, конец ее загибают кверху, нагревая выпуклую сторону. Прогрев трубки должен быть равномерным и не слишком сильным, так как иначе на месте сгиба

образуются складки, особенно у тонкостенных трубок. Нельзя делать слишком крутые изгибы.

Согнутую трубку «закаляют», подержав ее в светящемся пламени горелки, и кладут для охлаждения на асбестовый лист, но ни в коем случае не на холодный стол или другой предмет (например, стекло), где она может растрескаться. Светящееся пламя получают, полностью прекращая поступление воздуха к смесительной трубке газовой горелки.

Оттягивание трубок.

Для оттягивания трубки и получения капилляра трубку вводят в пламя паяльной горелки или обычной горелки с насадкой «ласточкин хвост» и нагревают до размягчения при непрерывном вращении. Трубку выносят из пламени и быстро растягивают обеими руками в стороны. После этого обрезают трубку, оставляя капилляр нужной длины, и осторожно оплавливают концы.

Если требуется оттянуть трубку у ее конца, то к нему припаивают другую трубку (или палочку), которая служит только для того, чтобы можно было держаться за нее.

Для запаивания трубки ее сначала оттягивают, обрезают капилляр и затем заплавляют отверстие, вращая конец трубки в пламени горелки.

5.2. Взвешивание

Взвешиванием называют сравнение массы данного тела с массой, условно принятой за единицу. Весы являются важнейшим прибором в химической лаборатории.

Наиболее часто в практикуме по общей и неорганической химии используют технохимические весы, позволяющие определять массу с точностью до 0,02 г.



а



б

Рисунок 10 - Лабораторные весы: а-технохимические, б-аналитические

В аналитических лабораториях при выполнении различных анализов исследуемого вещества применяют преимущественно аналитические, которые позволяют производить взвешивание с точностью 0,0002 г.

Весы - точный измерительный прибор, поэтому необходимы аккуратное обращение с ними и хороший уход. Все весы устанавливаются только на ровной поверхности и обязательно проверяют по отвесу или по уровню горизонтально ли стоят весы. Неправильность положения устраняется с помощью установочных винтов.

Помещения, где размещены весы лабораторные аналитические, должны выдерживать такие требования: отсутствие вибраций в помещении; наличие только одного выхода, минимальное количество окон, желательно обращенных к северу, с целью обезопасить весы от солнца и сквозняков; идеальная температура воздуха в пределах от +18 до +22°C; идеальная влажность воздуха от 45 до 60 %, минимальная влажность 20 %, максимальная – 80 %.

Чтобы весы показывали наиболее точный результат, после долгого отключения от электросети, а также при первом включении, нужно прогреть весы не менее 2 часов. При регулярной эксплуатации весы желательно не выключать. При этом их необходимо переводить в режим ожидания. В последующем, предварительный прогрев перед взвешиванием не потребуется.

Для того, чтобы уровнять температурный режим внутри весов с окружающим, требуется за 20–30 минут до начала измерений приоткрыть дверку защитного кожуха.

При взвешивании не должно быть превышения допустимой нагрузки. Обычно предельная масса указывается на коромысле весов.

Взвешиваемые сыпучие вещества недопустимо помещать непосредственно на чашки весов. Твердые вещества взвешивают на часовых стеклах, в бюксах, в тиглях или на листочках чистой кальки. Жидкости взвешивают в бюксах или химических стаканах. Нельзя ставить на чашки весов горячие, мокрые и грязные предметы. При взвешивании на аналитических весах необходимо следить, чтобы взвешиваемый предмет имел температуру такую же, как и весы. Для этого взвешиваемый предмет нужно выдерживать 30 - 40 минут в весовой комнате около весов. Контейнеры, в которых взвешивают, должны быть как можно меньшими по размерам. Не использовать стеклянные и пластмассовые контейнеры при влажности воздуха меньше 30 %. Это позволит исключить электростатический разряд. Температура помещения, контейнера и образца должна быть одинаковой, чтобы не возникали воздушные потоки и влага на сосуде и на образце. Высыхание образца или поглощение им влаги приводит к колебаниям его веса. Поэтому сосуды с образцами обязательно накрывать пробками, крышками. Желательно использовать сосуды с узкой горловиной.

Нельзя помещать на весы образцы предельной нормы и тяжелее. До взвешивания и после него показатели весов должны равняться нулю. Помещать взвешиваемый предмет на середину чашек весов. Избегать толчков, ударов по весам. Ежегодно поверять аналитические весы. Защищать весы специальными чехлами. Порошковые вещества помещать на блюдце или бумагу. Применять салфетки, пинцеты, щипчики, не загрязнять весы пылью или жиром.

При взвешивании на аналитических весах разрешается пользоваться только боковыми дверцами. Открывать и закрывать их надо осторожно, чтобы исключить влияние воздушных течений на точность взвешивания, поэтому боковые дверцы должны быть закрыты.

5.3. Перемешивание

Перемешивание раствора производят стеклянной палочкой, если химическая реакция проводится в открытом сосуде. Если реакция проводится в пробирке, то перемешивание осуществляется встряхиванием пробирки с содержимым. Кроме этого перемешивание реакционных смесей можно проводить с использованием механических или магнитных мешалок.

5.4. Фильтрация

Это метод отделения раствора от осадка. Его широко применяют при работе макрометодом, когда объем раствора больше 0,1 см³. При работе с микроколичеством вещества отделение раствора от осадка производится центрифугированием.

Сущность фильтрации состоит в том, что жидкость с находящимися в ней частицами твердого вещества пропускают через пористую перегородку. Эта перегородка, задерживающая твердые частицы, называется фильтром. В качестве фильтрующих материалов в лаборатории используют различные органические и неорганические вещества. Фильтрующие материалы могут быть:

- а) волокнистыми (вата, шерсть, различные ткани, синтетические волокна);
- б) зернистыми (кварцевый песок);
- в) пористыми (бумага, керамика, прессованное стекло).

Выбор фильтрующего материала зависит от требований к чистоте раствора, а также от его свойств. Необходимо помнить, что для фильтрации нельзя использовать материалы, каким-либо образом взаимодействующие с фильтруемой жидкостью. Например, щелочи, особенно концентрированные, нельзя фильтровать через фильтр из прессованного стекла и других материалов, содержащих диоксид кремния, так как SiO₂ растворяется в щелочах.

Фильтрация можно проводить различными способами: в обычных

условиях, при нагревании, под вакуумом. При обычных условиях для фильтрования применяют стеклянные воронки. Внутри воронки помещают какой-либо фильтрующий материал, например, вату или фильтровальную бумагу. Из фильтровальной бумаги делают простые или складчатые фильтры.

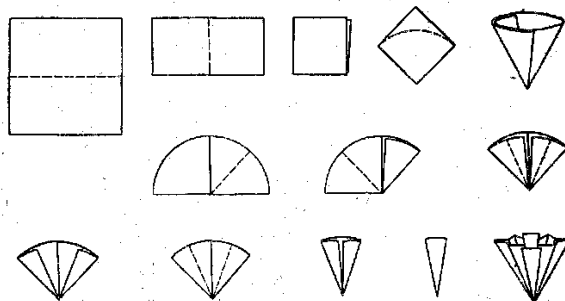


Рисунок 11 - Изготовление простого и складчатого фильтра

Для приготовления простого фильтра берут лист фильтровальной бумаги, складывают сначала вдвое, затем еще раз вдвое. Сложенный фильтр обрезают ножницами по дуге до нужного размера. Верхний край фильтра не должен доходить до края воронки на 5 мм. Отделяют пальцем один слой бумаги от трех остальных, расправляют и укладывают в воронку. Правильно уложенный в воронку фильтр смачивают дистиллированной водой и плотно прижимают верхний край фильтра к воронке, чтобы не было воздушных пузырей.

Если в результате фильтрования необходимо получить жидкость, освобожденную от механических примесей, то применяют складчатый фильтр. Для приготовления складчатого фильтра вначале поступают так же, как и при изготовлении простого фильтра. Затем сложенный в два или четыре раза фильтр сгибают несколько раз в одну и другую сторону подобно гармошке. Фильтр расправляют, получается конус с 8-16 гранями, касающимися стенок воронки. Такие фильтры делают из одного слоя бумаги. Фильтрующая поверхность у них больше, чем у гладких фильтров. Складчатые фильтры применяют для более быстрого фильтрования.

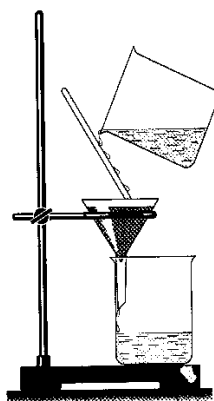


Рисунок 12 - Установка для фильтрования при атмосферном давлении

При фильтровании воронку укрепляют на кольце штатива. Кончик воронки должен касаться стенки сосуда для фильтрата. Жидкость сливают по стеклянной палочке, прижимая ее к стенке воронки. Для ускорения фильтрования на фильтре следует поддерживать высокий уровень жидкости, подливая ее небольшими порциями по стеклянной палочке.

Большое влияние на скорость фильтрования оказывает температура. Если требуется отфильтровать горячий раствор, то применяют специальную воронку для горячего фильтрования с электрическим или водяным обогревом.

Другим фактором, влияющим на скорость фильтрования, является давление, под которым жидкость проходит через фильтр. Чем давление выше, тем быстрее фильтруется жидкость. Фильтрование при пониженном давлении (под вакуумом) позволяет достигать более полного отделения твердого вещества от жидкости и увеличить скорость процесса. Для этого собирают прибор, состоящий из устройства для фильтрования (воронка Бюхнера, соединенная с колбой Бунзена), предохранительной склянки, водоструйного насоса.

Фильтрование при пониженном давлении:

- 1 - колба Бунзена; 2 - воронка Бюхнера; 3 - предохранительная склянка;
- 4 - водоструйный насос

Размер воронки Бюхнера должен соответствовать массе осадка, а не объему жидкости. На сетчатое дно воронки Бюхнера кладут два кружочка фильтровальной бумаги, смачивают их дистиллированной водой, присоединяют прибор к насосу. Добившись плотного прилегания фильтра к дну воронки, начинают процесс фильтрования. Сначала сливают большую часть жидкости на фильтр, затем оставшуюся часть жидкости взбалтывают с осадком и выливают смесь в воронку. При фильтровании осадок не должен переполнять воронку, а фильтрат в колбе Бунзена не должен доходить до отростка, соединяющего колбу с предохранительной склянкой. По окончании фильтрования сначала отключают колбу Бунзена от предохранительной склянки, а затем выключают насос. Воронку с осадком отсоединяют от колбы. Отфильтрованный осадок с помощью шпателя переносят в бюкс или на лист фильтровальной бумаги.

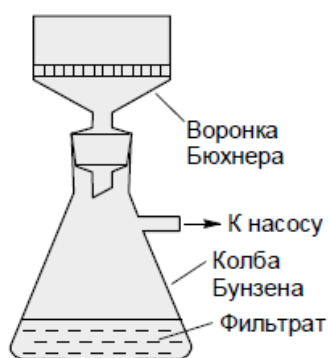


Рисунок 13 - Установка для фильтрования при пониженном давлении

Большое влияние на процесс фильтрования оказывает величина частиц твердого вещества, находящегося в жидкости. Если размер частиц превышает размер пор фильтра, то фильтрование проходит легко. Если же размер частиц твердого вещества меньше размера пор фильтра, то отфильтровать раствор не удастся. Поэтому следует поменять фильтр.

Воронками или тиглями с пористым стеклянным дном обычно пользуются для фильтрования жидкостей (например, концентрированных кислот), разрушающих бумажные фильтры и при проведении весового анализа. Такие тигли (тигли Шотта) характеризуются различной величиной пор, что обозначается соответствующими номерами фильтра. Тигли №1 и №2 применяются для отделения крупнозернистых осадков, №3 и №4 - мелкозернистых. Воронки и тигли со стеклянным фильтрующим дном присоединяют вместо воронки Бюхнера к колбе отсасывания и подключаются к водоструйному насосу.

5.5. Центрифугирование

Для отделения жидкости от осадка, при работе с небольшими объемами растворов, фильтрование заменяют центрифугированием. Эту операцию применяют и в том случае, если фильтруемые вещества мелкодисперсные, забивают поры фильтра или разрушаются при соприкосновении с фильтрующим материалом. Для промывания и отделения студенистых осадков (например, гидроксидов, сульфидов) прибегают также к центрифугированию.



Рисунок 14 - Центрифуга лабораторная

Для центрифугирования применяют аппараты, называемые центрифугами. Растворы с осадком помещают в специальные пробирки (конические), которые располагают в центрифуге попарно и симметрично одна против другой. Для предотвращения вибрации центрифуги необходимо, чтобы пробирки имели одинаковую массу. При вращении ротора центрифуги с большой скоростью взвешенные твердые частицы (с большей плотностью, чем плотность жидкости) под действием центробежных сил отбрасываются от центра и собираются на дне

пробирки.

5.6. Промывание осадка

Осадок на фильтре промывают холодной дистиллированной водой, используя для этих целей промывалку. Для промывания осадка можно использовать и метод декантации. Не взмучивая, осадка на дне стакана, сливают по палочке в воронку отстоявшийся раствор из стакана. Когда весь раствор будет слит, добавляют в стакан с осадком 510 мл дистиллированной воды, перемешивают круговым движением стакана или стеклянной палочкой, дают осадку отстояться. Через 2-3 минуты осторожно переносят отстоявшуюся промывную воду по палочке в ту же воронку, оставляя осадок в стакане. Во время третьей промывке взмутить осадок и перенести его на фильтр вместе с промывной водой.

Для промывания осадка, полученного в результате центрифугирования, жидкость над осадком сливают и к осадку добавляют 15-20 капель дистиллированной воды. Осадок перемешивают, вновь центрифугируют и сливают жидкость над осадком. Операцию повторяют 2-3 раза.

5.7. Выпаривание

Выпаривание - это удаление растворителя из раствора. Этот процесс применяют для выделения вещества из раствора, а также для повышения концентрации раствора.



Рисунок 15 - Установка для выпаривания жидкости

Эту операцию проводят в фарфоровых чашках и тиглях на водяных или песчаных банях. Наливают в чашку раствор не более чем на 30 % чашки по высоте. При выпаривании следует перемешивать выпариваемую жидкость, разбивать корочку кристаллов на поверхности жидкости. Следует избегать сильного перегрева, в особенности под конец выпаривания, так как это может привести к разбрызгиванию вещества и его термическому разложению. После

того как выпариваемое вещество превратится в кашицу, выпаривание прекращают. Далее вещество продолжают сушить в сушильном шкафу.

5.8. Высушивание

Высушивание - это освобождение вещества от воды или ее паров. При высушивании веществ в химической лаборатории необходимо учитывать их реакционную способность, стойкость к повышенной температуре, окислению, гигроскопичность и т.д.

Высушивание твердых веществ на открытом воздухе при комнатной температуре используют лишь в том случае, если продукт негигроскопичен. Для этого на чистый лист фильтровальной бумаги тонким слоем насыпают влажное твердое вещество. Для ускорения высушивания сырое вещество можно несколько раз отжать между листами фильтровальной бумаги.

Для более полного удаления влаги и для сушки гигроскопических веществ используют эксикаторы. Так как процесс сушки довольно длителен, то применяют вакуум-эксикаторы. При этом скорость испарения влаги увеличивается.

Если высушиваемое вещество устойчиво на воздухе и не разлагается при нагревании в интервале 100 – 130 °С, то для более полного и быстрого высушивания его помещают в сушильный шкаф, в котором поддерживается определенная температура. При выборе температуры следует учитывать возможность возгонки, разложения или окисления вещества. Вещество во время сушки следует время от времени перемешивать, измельчать образовавшуюся корку, комки.

Высушивание газов - освобождение газов от содержащихся в них паров воды. Для сушки газы пропускают через концентрированную серную кислоту или через слой твердого осушителя, при этом осушаемый газ должен быть инертен по отношению к осушаемому веществу.

5.9. Прокаливание

Для полного удаления летучих веществ, получаемых в результате термического разложения, применяют прокаливание, которое проводят при помощи пламени горелки, в муфельных или тигельных печах. Процесс прокаливания проводят в вытяжном шкафу. Муфельные печи применяют для прокаливания при повышенных температурах. Раскаленные тигли извлекают из муфельной печи длинными тигельными щипцами.

5.10. Перекристаллизация

Очистка твердых веществ перекристаллизацией основана на различной растворимости вещества в данном растворителе в зависимости от температуры. Под растворимостью понимают содержание растворенного вещества в насыщенном растворе. Растворимость обычно выражается в граммах растворенного вещества на 100 граммов растворителя, иногда на 100 г раствора. Зависимость растворимости веществ от температуры выражается кривыми растворимости. Если соль содержала малые количества других растворимых в воде веществ, насыщение относительно последних не будет достигнуто при понижении температуры, поэтому они не выпадут в осадок вместе с кристаллами очищаемой соли. Процесс перекристаллизации состоит из нескольких этапов: приготовления раствора, фильтрования горячего раствора, охлаждения, кристаллизации, отделения кристаллов от маточного раствора.

Чтобы перекристаллизовать вещество, его растворяют в дистиллированной воде или в подходящем органическом растворителе при определенной температуре. В горячий растворитель небольшими порциями вводят кристаллическое вещество до тех пор, пока оно перестанет растворяться, т.е. образуется насыщенный при данной температуре раствор. Горячий раствор отфильтровывают на воронке для горячего фильтрования.

Фильтрат собирают в стакан, поставленный в кристаллизатор с холодной водой со льдом или с охлаждающей смесью. При охлаждении из отфильтрованного насыщенного раствора выпадают мелкие кристаллы, так как раствор при более низкой температуре становится пересыщенным. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, затем переносят их на сложенный вдвое лист фильтровальной бумаги. Стеклопалочкой или шпателем распределяют кристаллы ровным слоем, накрывают другим листом фильтровальной бумаги и отжимают кристаллы между листами фильтровальной бумаги. Операцию повторяют несколько раз. Затем кристаллы переносят в бюкс. До постоянной массы вещество доводят в электрическом сушильном шкафу при температуре 100-105°C. Температуру в шкафу до этого предела следует повышать постепенно.

Для получения очень чистого вещества перекристаллизацию повторяют несколько раз.

5.11. Возгонка (сублимация)

Процесс непосредственного превращения твердого вещества в пар без образования жидкости называют возгонкой.

От перекристаллизации возгонка отличается более высоким выходом

чистого продукта и происходит при более низкой температуре, чем температура плавления вещества. Ее применяют тогда, когда нельзя очистить вещество перекристаллизацией, так как оно разлагается при температуре плавления.

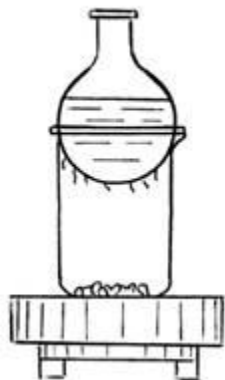


Рисунок 16 - Простейшая установка для возгонки

Возгоняемое вещество нагревают. Достигнув температуры возгонки, твердое вещество без плавления переходит в пар, который конденсируется в кристаллы на поверхности охлажденных предметов. С помощью возгонки можно получить в чистом виде, например, бензойную кислоту, нафталин, хлорид аммония, йод и некоторые другие вещества, при условии, что примеси не возгоняются. Однако этот метод очистки веществ ограничен, так как немногие твердые вещества способны сублимироваться.

5.12. Перегонка (дистилляция)

Перегонка - это процесс отделения жидкости от растворенных в ней твердых веществ или менее летучих жидкостей. Перегонка основана на превращении жидкости в пар с последующей конденсацией пара в жидкость. По сравнению с перекристаллизацией перегонка при меньших затратах времени дает, как правило, больший выход чистого продукта. Перегонкой пользуются тогда, когда перегоняемые вещества при нагревании не претерпевают каких-либо изменений или когда очищаемые жидкости имеют определенную разницу температур, но не слишком высокую температуру кипения.

Различают три способа перегонки жидкостей:

- а) при атмосферном давлении (простая перегонка),
- б) при уменьшенном давлении (вакуум-перегонка),
- в) перегонка с водяным паром.

Простая перегонка применяется тогда, когда надо отделить целевой продукт от практически нелетучих примесей. Например, очистка воды от нелетучих солей. Для этого собирают традиционную установку, состоящую из перегонной колбы (колбы Вюрца), прямого холодильника и приемника.

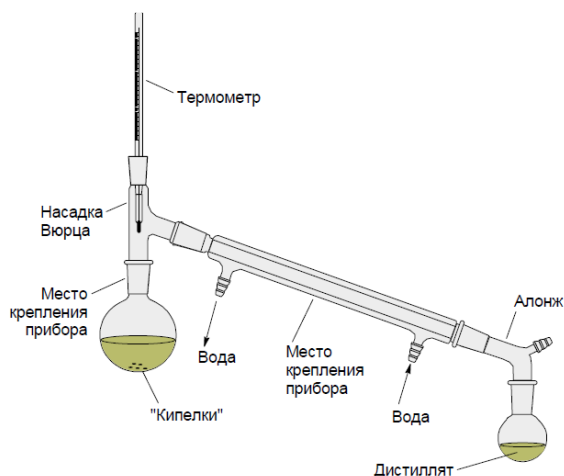


Рисунок 17 - Установка для перегонки жидкости

Когда весь прибор собран, тщательно проверяют, хорошо ли подобраны пробки, правильно ли установлен термометр. Включают воду для охлаждения холодильника. Подставляют приемник для сбора перегоняемой жидкости и начинают нагревать раствор до кипения. Колбу нагревают на водяной (песчаной или масляной) бане, реже на пламени горелки через асбестовую сетку. Температуру паров отгоняемого вещества измеряют термометром, установленным на 1 см ниже отводной трубки колбы Вюрца. Для предотвращения внезапного вскипания перегоняемой жидкости и попадания ее в холодильник в колбу кладут длинные капилляры, запаянные с одного конца или небольшие кусочки фарфора (кипелки).

Перегонку при низком давлении (вакуум-перегонку) применяют, если жидкость, подлежащая перегонке в обычных условиях, не выдерживает нагревания до температуры ее кипения. Установка для такой перегонки более сложная. Для отгонки веществ, нерастворимых в воде, используют перегонку с водяным паром.

5.13. Экстракция

Экстракцией в широком смысле называют процессы извлечения одного или нескольких компонентов из растворов или твердых тел с помощью избирательных растворителей (экстрагентов). При взаимодействии с экстрагентом в нем хорошо растворяются только извлекаемые компоненты и значительно слабее или практически вовсе не растворяются остальные компоненты исходной смеси.

В химической технологии экстракция из растворов экстрагентами более распространена, чем экстракция из твердых тел. Экстракция из твердых веществ или квазитвердых материалов (например, из тканей растительного сырья)

применяется главным образом в лесохимической, пищевой и фармацевтической промышленности. В химической технологии используют в основном экстракцию из твердых пористых веществ водой или водными растворами кислот и щелочей (процессы выщелачивания).

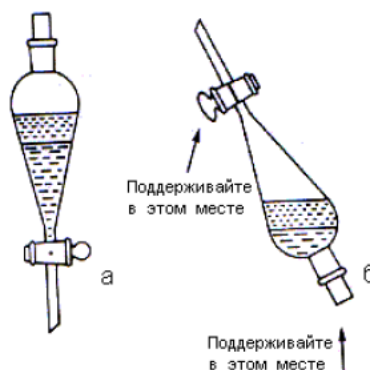


Рисунок 18 - Экстракция в делительной воронке

Следует следить, чтобы кран и пробка не пропускали экстрагируемые жидкости. Для этого наливают в делительную воронку экстрагент, встряхивают и проверяют пропускают ли кран или пробка.

В делительную воронку помещают экстрагент и исчерпывающую фазу. Количество экстрагента определяется свойствами извлекаемого компонента смеси и его количеством. Но как правило количество экстрагента меньше, чем количество исчерпывающей фазы. Пример: для извлечения 1 г вещества ограниченно растворимого в воде и хорошо растворимого в органике требуется ~20 мл органического растворителя, процедуру повторяют со свежими порциями растворителя (по 15-20 мл) 3-4 раза.

Когда экстрагент и исчерпывающая фаза помещены в делительную воронку ее закрывают пробкой и интенсивно встряхивают в течение 1-2 минут.

В течение этого процесса несколько раз открывают кран, для того чтобы выпустить образующиеся пары легко летучего компонента. Если пары не выпускать, то давление паров может выбить пробку или кран. При этом, делительную воронку следует держать как показано на рисунке.

Затем оставляют эмульсию расслаиваться на два слоя. Для этого требуется не менее 5 минут.

После расслоения смеси на два слоя важно определить какой из слоев экстрагент. Можно ориентироваться на табличные значения плотности экстрагента и исчерпывающей фазы. Сверху располагается растворитель с меньшей плотностью. Однако, такой метод недостаточно точен, так как в более легкий (с меньшей плотностью) растворитель может перейти вещество, плотность изменится и "легкий" растворитель окажется внизу. На делительной

воронке отметить маркером положение слоев. Затем добавить один из используемых растворителей (при экстракции из воды - добавляют воду). Изменение уровня слоев покажет какой слой экстрагент.

При разделении слоев важно сливать нижний слой через кран, а верхний - через верхнее отверстие делительной воронки. Нужно следить, чтобы капли одной фазы не попадали в приемник для другой фазы.

Для полного извлечения вещества экстракцию повторяют еще 2-3 раза.

Список использованных источников

1. Гайдукова, Б. М. Техника и технология лабораторных работ/ Б. М. Гайдукова, С. В. Харитонов.- СПб.: Лань, 2016, 128 с.
2. Захаров Л.Н. Начала техники лабораторных работ.- Л.: Химия, 1981.-192 с.
3. Правдин, П.В. Лабораторные приборы и оборудование из стекла и фарфора. Справочное издание. -М.: Химия, 1988, 336 с
4. Рачинский, Ф. Ю. Техника лабораторных работ/ Ф. Ю. Рачинский, М. Ф. Рачинская.-Л.: Химия, 1982,432 с.
5. Руанет, В.В. Теория и техника лабораторных работ. Специальные методы исследования. – М.: ВУНМЦ Росздрава, 2007,176 с.