

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ  
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ  
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»

**О. В. Косогін, О. В. Лінючева, Ю. С. Мірошніченко**

# **ТЕХНІКА ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ**

*Затверджено Вченою радою КПІ ім. Ігоря Сікорського  
як підручник для здобувачів ступеня бакалавра  
за спеціальністю «Хімічні технології та інженерія»*

Київ  
КПІ ім. Ігоря Сікорського  
2019

Рецензенти: *Барсуков В. З.*, д-р хім. наук, проф., завідувач кафедри електрохімічної енергетики та хімії Київського національного технічного університету технологій та дизайну;  
*Пірський Ю. К.*, д-р хім. наук, ст. наук. співр., завідувач лабораторії матеріалів електрохімічної енергетики Інституту загальної та неорганічної хімії ім. В.І. Вернадського НАН України.

Відповідальний редактор *Букет О. І.*, канд. техн. наук, доц.

*Гриф надано Вченою радою КПІ ім. Ігоря Сікорського (протокол № 4 від 08.04.2019 р.)*

Електронне мережне навчальне видання  
*Косогін Олексій Володимирович*, канд. техн. наук, доц.  
*Лінючева Ольга Володимирівна*, д-р техн. наук, проф.  
*Мірошніченко Юлія Сергіївна*, канд. техн. наук.

## ТЕХНІКА ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ

Техніка хімічного експерименту [Електронний ресурс] : підручник для студ. спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія», спеціалізації «Електрохімічні технології неорганічних і органічних матеріалів» / О. В. Косогін, О. В. Лінючева, Ю. С. Мірошніченко ; КПІ ім. Ігоря Сікорського. – Електронні текстові дані (1 файл: 8,5 Мбайт). – Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2019. – 387 с.

Розглянуто основні матеріали та пристосування, які використовуються в лабораторній практиці. Описано базові операції в лабораторії та основне обладнання для їх виконання. В практичній частині подано задачі та приклади їх розв'язання на найбільш важливі теми для початкової роботи в лабораторії. Приведено лабораторні роботи, що дають змогу хімікам-початківцям опанувати основи самостійної роботи в лабораторії.

Для студентів спеціальності 161 Хімічні технологія та інженерія (спеціалізація «Електрохімічні технології неорганічних і органічних матеріалів»), може бути корисним під час підготовки до лекційних занять, лабораторних та практичних робіт для студентів будь-яких хімічних навчальних закладів.

© О. В. Косогін, О. В. Лінючева, Ю. С. Мірошніченко, 2019

© КПІ ім. Ігоря Сікорського (ХТФ), 2019

# ЗМІСТ

ЗМІСТ .....	3
ВСТУП.....	9
РОЗДІЛ 1. ХІМІЧНІ РЕАКТИВИ.....	11
1.1. Кваліфікація реактивів і високочистих речовин.....	11
1.2. Небезпечні властивості реактивів .....	13
1.3. Зберігання реактивів .....	16
Завдання для самоконтролю до розділу 1 .....	17
РОЗДІЛ 2. ВИМІРЮВАННЯ В ЛАБОРАТОРНІЙ ПРАКТИЦІ.....	18
2.1. Класифікація методів вимірювання .....	18
2.2. Похибки вимірювань .....	20
2.3. Вимірювані величини і їх одиниці .....	24
2.4. Засоби вимірювання.....	26
Завдання для самоконтролю до розділу 2 .....	30
РОЗДІЛ 3. МАТЕРІАЛИ ТА ПРИСТОСУВАННЯ У ТЕХНІЦІ ЛАБОРАТОРНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ .....	31
3.1. Мінеральне скло .....	31
3.2. Кераміка, графіт і азбест .....	40
3.3. Полімерні матеріали .....	46
3.4. Метали .....	51
3.5. Матеріали для фільтрування.....	53
3.6. Гума та каучуки.....	60
3.7. Вода .....	61
Завдання для самоконтролю до розділу 3 .....	63
РОЗДІЛ 4. ХІМІЧНИЙ ПОСУД.....	65
4.1. Хімічний посуд загального призначення .....	66
4.2. З'єднувальні елементи.....	82

4.3. Запірні та перехідні елементи .....	85
4.4. Очищення і сушіння хімічного посуду .....	89
Завдання для самоконтролю до розділу 4 .....	93
<b>РОЗДІЛ 5. ТЕРЕЗИ І ЗВАЖУВАННЯ .....</b>	<b>94</b>
5.1. Основні параметри лабораторних терезів .....	95
5.2. Механічні терези .....	96
5.2.1. Технохімічні терези .....	97
5.2.2. Аналітичні терези.....	101
5.2.3. Похибки зважування і їхнє усунення.....	105
5.2.4. Гідростатичні терези.....	107
5.2.5. Газові терези .....	108
5.2.6. Торзійні терези .....	110
5.3. Терези з електронною природою відгуку .....	111
5.4. Вагова кімната .....	113
Завдання для самоконтролю до розділу 5 .....	114
<b>РОЗДІЛ 6. ВИЗНАЧЕННЯ ОБ'ЄМУ ТА ГУСТИНИ РЕЧОВИНИ .....</b>	<b>115</b>
6.1. Мірний лабораторний посуд.....	115
6.2. Визначення густини рідких і твердих речовин.....	124
6.2.1. Визначення густини за допомогою ареометрів .....	125
6.2.2. Визначення густини за допомогою пікнометрів .....	127
6.2.3. Визначення густини за допомогою гідростатичних терезів. 129	
6.2.4. Волюмометричний метод визначення густини .....	131
Завдання для самоконтролю до розділу 6 .....	132
<b>РОЗДІЛ 7. ВИМІРЮВАННЯ ТЕМПЕРАТУРИ ТА ЇЇ РЕГУЛЮВАННЯ. 133</b>	
7.1. Температурні шкали .....	134
7.2. Методи вимірювання температури .....	137
7.3. Дилатометричні термометри.....	138
7.3.1. Біметалеві термометри .....	138

7.3.2. Рідинні термометри .....	139
7.4. Манометричні термометри .....	146
7.5. Електричні термометри .....	148
7.5.1. Термометри опору.....	148
7.5.2. Термістори .....	150
7.5.3. Термопари.....	151
7.6. Пірометри.....	153
7.7. Термохімічний спосіб визначення температури.....	154
7.8. Регулювання температури.....	156
7.9. Термостати.....	158
Завдання для самоконтролю до розділу 7 .....	159
<b>РОЗДІЛ 8. НАГРІВАННЯ ТА ОХОЛОДЖЕННЯ .....</b>	<b>160</b>
8.1. Бані.....	160
8.2. Газові пальники .....	167
8.3. Рідинні пальники і тверде пальне.....	169
8.4. Інфрачервоні випромінювачі .....	170
8.5. Електричні нагрівачі .....	172
8.6. Електропечі.....	173
8.7. Сушильні шафи .....	176
8.8. Засоби і пристрої для охолодження .....	177
Завдання для самоконтролю до розділу 8 .....	179
<b>РОЗДІЛ 9. РОБОТА З ТВЕРДИМИ РЕЧОВИНАМИ .....</b>	<b>180</b>
9.1. Здрібнювання.....	180
9.1.1. Хімічне здрібнювання .....	180
9.1.2. Механічне здрібнювання.....	181
9.2. Висушування і прожарювання порошків .....	186
9.3. Просівання сухих порошків .....	191
9.4. Сублімація.....	192

9.5. Визначення температури плавлення .....	193
9.6. Визначення ступеня вологості .....	196
Завдання для самоконтролю до розділу 9 .....	198
<b>РОЗДІЛ 10. ОПЕРАЦІЇ З РІДКИМИ РЕЧОВИНАМИ.....</b>	<b>199</b>
10.1. Регулювання витрати рідини .....	199
10.2. Перекачування рідин .....	203
10.3. Видалення вологи і розчинених газів з органічних рідин .....	206
10.4. Перегонка рідин (дистиляція).....	207
10.5. Молекулярна перегонка.....	213
10.6. Зберігання рідин.....	215
Завдання для самоконтролю до розділу 10 .....	217
<b>РОЗДІЛ 11. ТЕХНІКА РОБОТИ ІЗ СУМІШАМИ ТВЕРДИХ І РІДКИХ</b>	
<b>РЕЧОВИН ТА РОЗЧИНАМИ.....</b>	<b>219</b>
11.1. Розчини і їх приготування.....	219
11.2. Перемішування рідких систем.....	223
11.3. Розділення сумішей твердих і рідких речовин .....	228
11.3.1. Концентрування розчинів .....	228
11.3.2. Відокремлення твердої фази .....	233
11.3.3. Кристалізація речовин з розчинів .....	240
Завдання для самоконтролю до розділу 11 .....	243
<b>РОЗДІЛ 12. РОБОТА З ГАЗАМИ.....</b>	<b>244</b>
12.1. Пристрої для отримання газів.....	244
12.1.1. Пристрої для отримання газів в результаті хімічної	
взаємодії .....	245
12.1.2. Апарати отримання газів термічним розкладанням	
речовин.....	249
12.1.3. Апарати отримання газів електрохімічним розкладанням	
речовин.....	250

12.2. Очищення та осушування газів .....	251
12.2.1. Сухе очищення газів .....	251
12.2.2. Мокре очищення газів .....	254
12.3. Вимірювання тиску газу .....	255
12.4. Вимірювання витрати газу .....	260
12.5. Створення вакууму в лабораторних посудинах.....	263
12.6. Зберігання газів .....	269
Завдання для самоконтролю до розділу 12 .....	278
<b>РОЗДІЛ 13. ПРАКТИЧНІ ЗАНЯТТЯ.....</b>	<b>280</b>
Практичне заняття 1. Основні поняття в хімії .....	280
Задачі для самостійного розв'язку .....	284
Практичне заняття 2. Газові закони та молярний об'єм газу .....	286
Задачі для самостійного розв'язку .....	290
Практичне заняття 3. Стехіометричні розрахунки по хімічним реакціям.....	293
Задачі для самостійного розв'язку .....	296
Практичне заняття 4. Розчини. Концентрація розчинів.....	298
Задачі для самостійного розв'язку .....	303
Практичне заняття 5. Теорія електролітичної дисоціації .....	309
Задачі для самостійного розв'язку .....	311
Практичне заняття 6. Реакції в розчинах електролітів.....	312
Задачі для самостійного розв'язку .....	314
Практичне заняття 7. Водневий показник (рН) .....	315
Задачі для самостійного розв'язку .....	316
Практичне заняття 8. Добуток розчинності .....	317
Задачі для самостійного розв'язку .....	320
Практичне заняття 9. Електроодні реакції. Потенціал електрода.....	321
Задачі для самостійного розв'язку .....	323

РОЗДІЛ 14. ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ.....	326
Лабораторна робота 1. Навчання з техніки безпеки в хімічній лабораторії .....	326
Лабораторна робота 2. Основи роботи з хімічним посудом .....	328
Лабораторна робота 3. Визначення маси та робота з терезами .....	331
Лабораторна робота 4. Вимірювання в лабораторній практиці .....	333
Лабораторна робота 5. Визначення дійсної місткості мірного посуду.....	341
Лабораторна робота 6. Приготування розчинів різної концентрації... ..	345
Лабораторна робота 7. Визначення густини та концентрації розчинів .....	351
Лабораторна робота 8. Визначення електродних потенціалів .....	357
Лабораторна робота 9. Визначення тиску та витрати газу .....	370
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ.....	375
ТЕРМІНОЛОГІЧНИЙ ПОКАЖЧИК .....	379
ДОДАТКИ.....	381



## ВСТУП

Перед початком будь-якого експерименту необхідно набути навичок роботи з лабораторним обладнанням та оволодіти технікою експерименту.

Хіміки століттями удосконалювали прийоми роботи з речовинами, створювали різноманітний хімічний посуд та пристосування до нього для здійснення певних операцій. Деякі прийоми робіт увійшли в класику проведення хімічного експерименту, інші мають історичне значення. В результаті багаторічної роботи хіміків накопичений величезний досвід у виконанні різних синтезів в лабораторних умовах, в дослідженні речовин та їх сумішей. Проте специфіка викладання хімії у шкільних закладах відображається у неспроможності студентів самостійно спланувати та виконати більшість хімічних експериментів, а відсутність знань в галузі матеріалознавства (особливо на молодших курсах) часто призводить до неправильної експлуатації приладів і пристроїв та їх псування.

У світовій літературі налічується близько двох десятків книг, повністю або частково присвячених техніці експерименту. Однак майже всі вони були видані 20–50 років тому і відображають рівень техніки і технології того часу. Публікації з техніки сучасного експерименту та описи окремих технологічних прийомів або розрізнені, що ускладнює їх пошук, або ж призначені для робітників промисловості, і не завжди можуть бути використані в практиці роботи неспеціалізованої лабораторії.

Метою підручника є ознайомлення студентів молодших курсів з методиками виконання основних робіт в хімічній лабораторії та заповнення прогалін у знаннях в галузі підготовки та проведення хімічного експерименту. Після кожного розділу наводиться перелік питань для самоконтролю, що дозволить забезпечити більш ефективне вивчення матеріалу. В розділі «Практичні заняття» наведено приклади задач на

теми, які є основними для обробки результатів робіт в лабораторії та проведення хіміко-технологічних розрахунків. У розділі «Лабораторний практикум» наведено перелік робіт, які мають на меті ознайомити студентів з технікою проведення певних операцій в хімії, призначені навчити основним прийомам роботи в хімічній лабораторії і привчити студентів до неухильного виконання вимог техніки безпеки. Також наведено основні вимоги до техніки безпеки в хімічних лабораторіях.

Під час підготовки використано як матеріали книг, що стали класикою для хіміків-практиків, так і нова інформація, що постійно оновлюється. В підручнику подано ілюстративний матеріал, взятий з відкритих джерел і сайтів фірм-виробників та підприємств з продажу посуду й лабораторного обладнання (<http://www.hlr.com.ua>; <http://mankor.ua>; <https://stimyl.ru>; <https://sklep-chemland.pl>; <http://steklopribor.com>; <https://germeon.ru>; <https://www.dia-m.ru>; <http://technotep.com.ua>; <http://www.daihan.net.ua>; <https://www.laboratorii.com>; <https://www.banggood.com>; <https://svarkavita.com> та інші).

# РОЗДІЛ 1.

## ХІМІЧНІ РЕАКТИВИ

Результативність роботи хіміка значною мірою залежить від ступеня чистоти застосовуваних речовин. Усі хімічні продукти поділяються на чотири групи [25]:

- сирі продукти – природного походження та напівфабрикати з великим вмістом домішок;
- технічні продукти, вироблювані хімічними підприємствами, з відносно невеликим вмістом домішок;
- реактиви, призначені для аналітичних, препаративних та інших робіт у лабораторіях;
- продукти особливої чистоти, якість яких значно вище хімічних реактивів.

У лабораторній практиці використовують реактиви та особливо чисті речовини, якість яких регламентується стандартами й технічними умовами.

### 1.1. Кваліфікація реактивів і високочистих речовин

Залежно від вмісту основної речовини та припустимих домішок для хімічних реактивів встановлені наступні кваліфікації [36].

Технічний (техн.) – ступінь чистоти, який є базовим для використання продукту в лабораторії як допоміжної речовини. Вміст основної речовини не менше 95 %, вміст та склад домішок не регламентується.

Чистий (ч.) (*лат. purum – pur.*) – нижча кваліфікація реактиву. Вміст основної речовини не менше 98 %; вміст домішок або нелеткого залишку від 0,01 % до 0,5 %; залишок після прожарювання до 0,5 %. Можуть застосовуватися в найрізноманітніших роботах як навчального, так і виробничого характеру.

Чистий для аналізу (ч. д. а.) (*лат. pro analysi – p. a.*). Кваліфікація характеризує аналітичне застосування препарату. Вміст основної речовини більше 99 %. Призначені для аналітичних робіт, виконуваних з великою точністю, використовуються в науково-дослідних роботах.

Хімічно чистий (х. ч.) (*лат. purissimum – puriss.*). Вищий ступінь чистоти препарату. Вміст окремих домішок у межах  $(1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-5})$  % і нелеткого залишку не більше 0,1 %; залишок після прожарювання менше 0,1 %. Призначені для відповідальних наукових досліджень, використовуються як речовини, по яких встановлюються титри робочих речовин.

Варто мати на увазі, що в процесі виробництва чистих речовин, як правило, дуже легко вдається знизити вміст домішок з (0,1–1,0) % до сотих часток відсотка. Подальше очищення є значно більше складним і трудомістким завданням. Під час роботи з реактивами завжди треба пам'ятати, що зниження вмісту домішок навіть на один порядок приводить до дуже різкого зростання ціни реактиву. Тому не слід використовувати для маловідповідальних робіт препарати високої чистоти.

Високочисті речовини (*лат. purissimum speciale*) підрозділяють на спектрально-чисті (сп. ч.), еталонної чистоти (е. ч.), і особливо чисті (ос. ч.). Основні споживачі таких препаратів – промисловість напівпровідникових матеріалів, радіоелектроніка, квантова електроніка.

Хімічні реактиви класифікують часто по областях їхнього переважного застосування: індикатори, барвники для мікроскопії, для

хроматографії (сорбенти, носії, нерухомі фази та ін.), для люмінофорів, для фотографії, для кріоскопії, для спектрального аналізу і т.ін. У багатьох випадках після назви реактиву вказується область застосування реактиву, а потім ступінь його чистоти: "бензол для кріоскопії х. ч.", "судан Ж барвник для мікроскопії ч. д. а.", "кальцію оксид для хроматографії ч. д. а."

На тарі для реактиву кожної кваліфікації на етикетці також нанесена кольорова смуга:

чистий	– зелений;
чистий для аналізу	– синій;
хімічно чистий	– червоний;
особливо чистий	– жовтий;
інші	– ясно-коричневий.

## 1.2. Небезпечні властивості реактивів

Більшість реактивів володіють певними властивостями, що впливають на їх стабільність і можуть призвести як до псування реактиву, так і до утворення нових небажаних сполук або слугувати причиною виникнення небезпечних ситуацій в лабораторії. Такі властивості реактивів мають назву небезпечних [21].

### ***Вологочутливість***

Речовини, схильні до поглинання вологи з повітря, називають *гігроскопічними*. Така взаємодія може мати як суто фізичний характер (зволоження, розчинення, утворення кристалогідрату), так і призводити до перебігу необоротних хімічних реакцій. Зокрема, сульфіді, нітриди, фосфіді лужних і лужноземельних металів розкладаються водою з утворенням токсичних сполук; галогеніди неметалів ( $\text{PCl}_3$ ,  $\text{PCl}_5$ ,  $\text{S}_2\text{Cl}_2$ ) і галогенангідриди кислот гідролізують з утворенням відповідних кислот;

лужні, лужноземельні та пірофорні метали (метали, що у дрібнозернистому стані схильні до самозаймання) взаємодіють із виділенням водню.

### ***Світлочутливість***

Деякі речовини схильні під дією світла зазнавати перетворень внаслідок перебігу реакцій, які мають назву *фотохімічні*. Такі реакції можуть призводити до зміни забарвлення (алілбромід, анілін, броміди, йодиди, сполуки меркурію, саліцилова кислота, феноли), окиснення (фурфурол, ксантогідрол), відновлення (сполуки аргентуму), ізомеризації (малеїнова кислота), розкладання (трихлоретилен, хлорпикрин, йодиди купруму та меркурію, ацетат аргентуму).

### ***Теплочутливість***

Значна зміна температурних умов під час зберігання реактиву може спричинити як оборотні (перехід в інший агрегатний стан), так і необоротні зміни властивостей. Речовини, що зазнають необоротних змін під впливом тепла або холоду, називають *термолабільними*.

Формалін (водний розчин формальдегіду) за температури нижче плюс 9 °С утворює осад параформальдегіду (параформу), який за нагріванням не переходить у розчин. Металеве олово, яке за кімнатної температури існує в β-модифікації (біле), за температури 13,2 °С починає переходити в α-модифікацію (сіре) у вигляді сірого дрібного порошку. Деякі неорганічні речовини, в першу кристалогідрати, в процесі нагрівання навіть до невеликих температур (до 40–50 °С) зневоднюються або розкладаються.

### ***Пожежонебезпечність***

Значна кількість реактивів здатна або самостійно займатись від дії зовнішніх чинників, або підтримувати горіння чи спричиняти вибух. З точки зору пожежонебезпечності речовини поділяють на такі групи [12]:

- реактиви, здатні до розкладання з вибухом і за відсутності кисню повітря (перхлорат амонію, пікринова кислота, пероксиди, азиди);
- стислі, зріджені і розчинені під тиском гази що здатні горіти: водень, метан, ацетилен, монооксид карбону, аміак, сірководень, ціановодень; гази, що підтримують горіння – стисле і рідке повітря й кисень;
- реактиви, що виділяють в результаті взаємодії з водою легкозаймисті гази (лужні і лужноземельні метали, гідриди, карбіди);
- легкозаймисті рідини (ЛЗР), здатні без попереднього підігрівання займатися від короткочасного контакту із джерелом запалювання. Найменша температура, за якої пара даної речовини утворює над її поверхнею суміш із повітрям, що спалахує від наближення полум'я, має назву *температура спалаху*. До ЛЗР відносять рідини з температурою спалаху нижче 61 °С;
- легкозаймисті тверді реактиви, здатні займатися від джерела вогню й поширювати горіння по поверхні (червоний фосфор, сірка, селен, нітроцелюлоза, нафталін);
- Самозаймисті реактиви, здатні в контакті з повітрям або іншими речовинами самонагріватися і самозайматися від нагрівання до порівняно невисоких температур (пірофорні метали, металоорганічні сполуки, білий фосфор);
- реактиви з окисними властивостями, що сприяють розвитку горіння (самі не горючі, але виділяють кисень) – пероксиди, нітратна кислота та деякі солі, хлорати, бромати, йодати, перманганати.

### ***Отруйність***

Здатність діяти несприятливим чином на організм людини.

За ступенем дії на організм людини усі речовини поділяють на класи небезпечності (табл. 1.1).

Таблиця 1.1. Класи небезпечності хімічних речовин [27]

Клас безпеки	Назва класу	ГДК в повітрі робочої зони ГДК <sub>рз</sub> , мг/м <sup>3</sup>	Середня смертельна концентрація в повітрі ЛК <sub>50</sub> , мг/м <sup>3</sup>
1	Надзвичайно небезпечні	до 0,1	до 500
2	Високонебезпечні	від 0,1 до 1,0	від 500 до 5000
3	Помірно небезпечні	від 1,1 до 10,0	від 5001 до 50000
4	Малонебезпечні	більше 10,0	більше 50000

За характером дії на організм людини усі хімічні речовини можна поділити на такі групи:

- речовини, що викликають опіки або подразнюють шкіру та слизові оболонки (концентровані мінеральні кислоти та луги);
- речовини, що подразнюють органи дихання (фосген, хлор, аміак, оксиди сульфуру, оксиди нітрогену);
- речовини – отрути крові, або гематичної дії (ціанідна кислота, бензол, оксиди арсену, свинець, аміно- і нітропохідні бензолу, монооксид карбону, нітрили);
- речовини нейротоксичної дії, що впливають на нервову систему (сірководень, сірковуглець, бензол, свинець, метанол, анілін, нітробензол).

### 1.3. Зберігання реактивів

Відповідно до властивостей хімічних речовин формуються правила зберігання реактивів.

#### Загальні правила зберігання реактивів

1. Хімічні речовини зберігають у чистій закоркованій тарі, виготовленій з матеріалу, що не взаємодіє з речовиною.



2. На тарі має бути нанесена етикетка з усією необхідною інформацією – назва, хімічна формула, кваліфікація, за необхідно – наявність домішок, дата закоркування.

3. Вологочутливі речовини зберігають у запаяних або запарафінованих ємностях.

4. Світлочутливі речовини зберігають у тарі з темного скла або загорнуті у чорний папір.

5. Теплочутливі матеріали зберігають у місці, що забезпечує відповідні температурні умови (холодильник тощо).

6. Пожежонебезпечні речовини зберігають подалі від джерел обігріву. Заборонено зберігати в одному приміщенні або взагалі поряд речовини, що відносяться до різних груп пожежонебезпечності.

7. В лабораторії мають знаходитись реактиви у кількості, що відповідає добовій потребі лабораторії.

8. Рідкі речовини необхідно зберігати встановленими у пластикові або сталеві піддони із шаром піску.

### **Завдання для самоконтролю до розділу 1**

1. Наведіть групи хімічних продуктів.
2. Що таке "кваліфікація реактивів" і як вона позначається?
3. Опишіть небезпечні властивості реактивів.
4. Обґрунтуйте основні правила зберігання реактивів.
5. Наведіть групи пожежонебезпечних речовин.

## РОЗДІЛ 2.

### ВИМІРЮВАННЯ В ЛАБОРАТОРНІЙ ПРАКТИЦІ

Вимірюванням називають процес експериментального порівняння даної величини з іншою, прийнятою за одиницю вимірювання. Практичні засоби для відтворення одиниці вимірювання або її кратного чи часткового значення називають мірами, наприклад, міра довжини – мірна лінійка, міра маси – гиря, міра об'єму – мірна склянка (мензурка), міра електрорушійної сили – нормальний елемент та ін. Саме вимірювання виконується за допомогою вимірювального приладу, що видає інформацію, доступну для безпосереднього сприйняття або автоматичного запису.

#### 2.1. Класифікація методів вимірювання

Залежно від природи вимірюваної величини і характеру її зміни із часом всі вимірювання підрозділяються на два великих класи: *статичні* (значення вимірюваної величини не змінюється) і *динамічні* (значення вимірюваної величини змінюється). До динамічного відносяться вимірювання вібрацій, потоку рідини або газу та ін.

За характером прийомів одержання результатів вимірювання поділяють на прямі і непрямі [14].

*Прямим* називають вимірювання, за яким значення шуканої величини знаходять порівнянням з відповідною зразковою мірою безпосередньо або за допомогою градуйованого в необхідних одиницях вимірювального приладу. Наприклад, до прямих вимірювань відносяться вимірювання маси (зважування) на рівноплечих вагах, температури за

допомогою термометра, лінійного розміру масштабною лінійкою та ін. Прямі вимірювання проводять за допомогою показових приладів: стрілочних (визначають аналогове значення вимірюваної величини) і цифрових (дають дискретне значення вимірюваної величини).

Шляхом *непрямого* вимірювання визначають не саме шукане значення міри, а іншу величину, функціонально з нею зв'язану. Непрямим вимірюванням, наприклад, є визначення густини твердого тіла прямими вимірюваннями його маси і об'єму, знаходження питомого опору електричного провідника вимірюванням його опору, довжини та площі поперечного перерізу.

Як прямі, так і непрямі вимірювання у свою чергу підрозділяються на *абсолютні*, в яких вимірювана величина визначається як числове значення відповідної одиниці міри, і *відносні* вимірювання, в яких визначається відношення двох величин одного виду. При цьому одна із цих величин може бути довільною одиницею. Прикладом відносних вимірювань може служити визначення відстані між космічними об'єктами, швидкості руху та маси цих об'єктів, а також всіх фізичних величин, що характеризують параметри елементарних часток.

**Всі методи вимірювань** можна поділити на наступні:

- метод безпосереднього вимірювання показовими приладами;
- диференціальний метод, за яким вимірюють різницю між вимірюваною та відомою величинами;
- компенсаційний (нульовий) метод, за яким вимірювана величина компенсується відомою величиною, наприклад, вимірювання електричних величин за допомогою мостової схеми;
- метод заміщення, що полягає в заміні вимірюваної величини рівнозначною відомою величиною, наприклад, вимірювання електроопору за допомогою магазину опорів;

- метод співпадінь, у якому рівномірно розташовані відмітки суміщаються з відмітками вимірюваної величини або періодичних сигналів, що рівномірно чергуються, наприклад, ноніус на штангенциркулі.

## 2.2. Похибки вимірювань

Ретельне проведення серії вимірювань на самих точних приладах з дотриманням всіх передбачених правил одним спостерігачем не дасть однозначного повторюваного результату. У більшій мірі це проявляється, якщо ту саму величину вимірюють різні особи на різних вимірювальних приладах різними методами. Помилки, які при цьому виникають, називають похибками вимірювань. Кожне вимірювання має певну вірогідність тільки за умови оцінки похибок, з якими це вимірювання було проведено. Наявність похибок визначає точність вимірювання, оцінювану «вилкою» позитивних і негативних меж найбільших значень похибок або їх середньоквадратичним, середньоарифметичним або імовірнісним значеннями.

**Причини виникнення похибок** вимірювань досить різноманітні. Насамперед можна виділити *суб'єктивні причини*, що залежать від спостерігача і визначаються його уважністю, досвідом, станом органів почуттів – зору, слуху і т.п. Суб'єктивні похибки, як правило, ураховуються тільки методами математичної статистики.

Друга категорія – *об'єктивні похибки*, що не залежать від суб'єктивних особливостей спостерігача та визначаються неправильним градуванням і несправністю вимірювального приладу, впливом різних зовнішніх факторів та ін.

У свою чергу, об'єктивні похибки поділяються на систематичні, випадкові та промахи.

*Систематичні похибки.* Систематичними називаються похибки, які не змінюються за багаторазового повторення вимірювань і тому можуть бути враховані введенням у результат вимірювання відповідного виправлення, якщо виключити причину похибки неможливо. Прикладом систематичних похибок може служити неправильна установка «нуля» приладу, неточність використуваних мір вимірювань, неправильне положення вимірювального приладу та ін.

*Випадкові похибки.* Випадковими називаються похибки, які невизначені як за природою причин їхнього виникнення, так і за значенням. Причин виникнення випадкових похибок дуже багато, у тому числі це й флуктуації умов зовнішнього середовища. Випадкові похибки можна врахувати методами теорії імовірності та математичної статистики. Для того, щоб досить ефективно використувати ці методи, необхідний великий масив даних, що вимагає спеціального підходу до техніки вимірювань. Однак значення похибки вимірювання, обумовленої випадковою складовою, досить мало, так що в більшості випадків нею можна знехтувати.

*Промахи.* Промахами називають грубі помилки вимірювань, що істотно спотворюють попередні вимірювання. До промахів, наприклад, відноситься неправильний відлік по шкалі приладу, невірний запис відліку, несправність приладу або схеми його включення і т.п. Промахи, які явно впадають в око, які містять грубі помилки або виходять за рамки сукупності вимірюваних величин, необхідно виключати з розгляду. Однак в окремих випадках, коли хід закономірності вимірюваної величини невідомий, «випадаючу крапку» треба уважно проаналізувати і тільки після цього кваліфікувати її як «промах» або «ефект». Природно, що у всіх

сумнівних випадках вимірювання в даній точці (області) треба багаторазово повторити.

*Статичні і динамічні похибки.* Статичними називають похибки вимірювань, що виникають за постійного в часі значення вимірюваної величини. Іншими словами, цей вид похибки відноситься до випадку, коли вимірювальний прилад і вимірювана величина перебувають за часом у рівноважному стані. Прикладом такого стану може слугувати достатній «прогрів» електровимірювального електронного приладу (лампового вольтметра, електрометра) перед початком вимірювань. До статичних похибок відносяться всі перераховані вище види похибок, якщо в процесі отримання кожної експериментальної точки була дотримана умова рівноважного тимчасового стану між вимірювальним приладом і вимірюваною величиною.

Динамічні похибки виникають в процесі вимірювання величин, що змінюються в часі. Крім того, динамічна похибка може виникнути в результаті механічної, теплової або електричної інерційності вимірювального приладу, що не дозволяє точно відстежити вимірювану величину, яка змінюється за часом. Виключенням є випадок, коли для усереднення швидко змінюваної, наприклад електричної, величини використовується так званий балістичний метод вимірювання. У цьому випадку використовуються спеціальні інерційні прилади, зокрема балістичні гальванометри.

*Виправлення на похибку вимірювань.* Похибки, обумовлені інструментальною недосконалістю вимірювального приладу (неправильним градуванням, непаралельністю кінцевих мір, «мертвим» ходом або «люфтом» у мікрометра, відхиленням використовуваних мір від еталонного значення), виключають введенням відповідного виправлення в результат вимірювань.

Похибки, що залежать від неправильної установки або розташування вимірювального приладу, а також від зміни зовнішніх умов (температури, тиску, вологості та ін.) усувають установкою приладу строго вертикально на горизонтальній площині, усуненням паралакса під час відліку показань на шкалі приладу, створенням відносно стабільного стану навколишнього середовища та ін.

Випадкові похибки аналізують і враховують математичними методами. Промахи вимірювань виключають із масиву отриманих результатів або ретельно аналізують.

Динамічні похибки виключають або зводять до мінімуму правильною експлуатацією вимірювального приладу і використанням, як правило, малоінерційних електронних вимірювальних приладів, наприклад, електронних осцилографів та ін.

Також розділяють такі поняття, як основна та додаткова похибки [30].

*Основна похибка* – похибка, яка існує за так званих нормальних умов, що вказані в нормативних документах, які регламентують правила випробування і експлуатації даного засобу вимірювань.

*Додаткова похибка* виникає за відхилення умов випробування і експлуатації засоби вимірювання від нормальних. Вона нормується значенням похибки, викликаного відхиленням однією з впливових величин від її нормованого значення або виходом її за межі нормальної області значень.

За способом вираження розрізняють абсолютні та відносні похибки.

*Абсолютна похибка* вимірювання – похибка вимірювань, виражена в одиницях вимірюваної величини, і визначається як різниця між дійсним  $N_{\text{дійсн}}$  та виміряним  $N_{\text{вим}}$  значенням величини

$$\Delta = | N_{\text{дійсн}} - N_{\text{вим}} |.$$

*Відносна* похибка вимірювання – похибка вимірювання, виражена відношенням абсолютної похибки вимірювання до дійсного значення вимірюваної величини, у відсотках:

$$\delta = \frac{\Delta}{N_{\text{дійсн}}} \cdot 100\% .$$

Щоб можна було порівняти за точністю вимірювальні прилади з різними межами вимірювань, введено поняття *приведеної* похибки вимірювального приладу, під якою розуміють відношення абсолютної похибки до нормуючого значення, яке приймається рівним верхній межі вимірювань  $N_{\text{МАХ}}$  (якщо нульова відмітка знаходиться на краю або поза шкалою) або діапазону вимірювання (якщо нульова відмітка знаходиться всередині діапазону вимірювань), у відсотках

$$\gamma = \frac{\Delta}{N_{\text{МАХ}}} \cdot 100\% .$$

### **2.3. Вимірювані величини і їх одиниці**

Об'єктом будь-якого вимірювання є реально існуюча фізична величина, що характеризує властивість, стан або процес, у якому ця величина присутня. Якісно по своїх індивідуальних властивостях фізичні величини можуть бути однорідними або різнорідними. Кількісно властивості фізичної величини характеризуються її розміром. Важливо



відзначити, що іноді різниця розмірів однорідних фізичних величин може виявитися іншою фізичною величиною. Так, різниця електричних потенціалів – не потенціал, а електрична напруга, різниця температур – вже не температура, а температурний інтервал і т.д. Оскільки на практиці доводиться зіштовхуватися з різноманітними одиницями вимірювання, які, у свою чергу, мають багато числових градацій, була запропонована так звана метрична (або десяткова) система одиниць вимірювання, достоїнство якої полягає в можливості вираження одиниці в позитивних або негативних цілих числах ступеня десяти. Відповідно до цього для позначення кратних і часткових одиниць вимірювання вживають латинські приставки (табл. 2.1).

*Таблиця 2.1. Множники та приставки для утворення десяткових, кратних і часткових одиниць*

множ- ник	приставка	Позначення		множ- ник	приставка	Позначення	
		вітчизняне	міжнародне			вітчизняне	міжнародне
$10^{18}$	екса	Е (Э)	E	$10^{-1}$	деци	д	d
$10^{15}$	пета	П	P	$10^{-2}$	санті	с	c
$10^{12}$	тера	Т	T	$10^{-3}$	мілі	м	m
$10^9$	гіга	Г	G	$10^{-6}$	мікро	мк	μ
$10^6$	мега	М	M	$10^{-9}$	нано	н	n
$10^3$	кіло	к	k	$10^{-12}$	піко	п	p
$10^2$	гекто	г	h	$10^{-15}$	фемто	ф	f
$10^1$	дека	да	da	$10^{-18}$	атто	а	a

Природно, що все різноманіття одиниць вимірювання повинне бути систематизовано. Одиниці, що входять у дану систему та взаємно пов'язані один з одним відповідними співвідношеннями, називаються основними. Одиниці, що входять у систему, але не пов'язані з основними, називаються

додатковими. В 1960 р. з метою замінити багато існуючих систем основних і додаткових одиниць вимірювань, що зложилися на основі метричної системи мер, була затверджена Міжнародна система одиниць фізичних величин СІ.

Перевагою СІ є її універсальність. Крім того, ця система не вимагає введення коефіцієнта пропорційності для утворення похідних одиниць із основних.

Система СІ утворена із семи основних одиниць і двох додаткових [29]. Механічні величини виражаються одиницями довжини, маси і часу. Для визначення електричних і магнітних величин введена сила електричного струму. Коло теплових явищ охоплюється введенням термодинамічної температури, світлових – силою світла, явищ в області молекулярної фізики та фізичної хімії – кількістю речовини. Як одиниці перерахованих величин прийняті: *метр, кілограм, секунда, ампер, кельвін, свіча та моль*. Додатковими величинами в системі СІ є *радіан і стерадіан*, які дозволяють утворювати похідні одиниці величин, що залежать від плаского або тілесного кутів.

Похідні одиниці практично всіх фізичних величин можуть бути утворені з основних і додаткових одиниць системи СІ шляхом їхнього сполучення, а також множення та ділення.

#### **2.4. Засоби вимірювання**

Визначення значення вимірюваної величини проводять з використанням вимірювальних приладів. За методом відображення вимірюваної величини прилади поділяють на аналогові і дискретні.

*Аналогові* прилади дозволяють проводити безперервний візуальний відлік вимірюваної величини по шкалі стрілочного приладу або у вигляді

запису на папері (самописні прилади). Діаграма запису виконується залежно від іншого параметра, найчастіше від часу.

*Прилади з дискретним відліком* – цифрові, вони виражають вимірювану величину десятковими числами на спеціальному приладовому табло. Такі прилади характеризуються високою точністю вимірювання (до 0,1 %), у той час як точність аналогових приладів не перевищує 0,5 %. Крім того, для них характерні висока швидкодія (0,2–0,3 с) і відсутність похибок, обумовлених суб'єктивними особливостями спостерігача, що виконує вимірювання. Тому в останні роки в лабораторній практиці майже повсюдно використовують вимірювальні прилади із цифровою індикацією. Найбільшою мірою це відноситься до приладів, що вимірюють як електричні, так і неелектричні величини (наприклад, електронні терези та ін.). Особливий клас цифрових приладів утворюють так звані інтегруючі прилади, в яких вимірювана величина підсумовується в часі (наприклад, електролічильник, електровитратомір та ін.).

Точність електровимірювального приладу визначається сумою припустимих приладових похибок. Відповідно до цього для електровимірювальних приладів встановлено дев'ять класів точності: 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,5 і 4,0. Клас точності визначає максимальний відсоток похибки вимірювання приладу на максимальному значенні шкали. Похибку вимірювання в будь-якому місці шкали приладу можна визначити за формулою

$$\Delta B = k \frac{N_{\text{вим}}}{N_{\text{шк}}}$$

де  $\Delta B$  – шукана похибка, %;  $k$  – клас точності приладу;  $N_{\text{шк}}$  – максимальне значення шкали приладу;  $N_{\text{вим}}$  – значення вимірюваної величини по шкалі приладу.

*Приклад розрахунку похибки вимірювання. Треба визначити, з якою точністю буде виміряна напруга 24 В вольтметром класу 1,5 з межею шкали 50 В.*

*Користуючись наведеною формулою, отримаємо*

$$\Delta V = 1,5 \frac{24}{50} = 1,2 \%, \text{ або } \Delta U = 1,2 \frac{24}{100} = 0,288 \text{ В.}$$

Слід зазначити, що через ряд факторів, обумовлених механічною системою приладу, які важко враховувати, найменша похибка в процесі вимірювання буде в середній частині шкали (від 1/3 до 2/3). Таким чином, користуючись вимірювальним приладом, потрібно межі вимірювання або тип приладу вибирати відповідно до вимірюваної величини.

На шкалі і корпусі будь-якого електровимірювального приладу є умовні позначки принципу дії приладу, точності вимірювання, способу використання та ін. (рис. 2.1). Основні умовні позначки, привласнені електровимірювальним приладам, наведені в таблиці 2.2.

В процесі використання вимірювального приладу необхідно суворо дотримуватися умовних позначок на його шкалі, які передбачають експлуатацію приладу за нормальних умов (температура, тиск, вологість та ін.). За використання приладу в умовах, що відрізняються від нормальних, необхідно застосовувати прилади спеціального призначення. Так, існують прилади, призначені для роботи в умовах низьких і високих температур, вібраційних та ударних навантажень, підвищеної вологості, що працюють в агресивних середовищах, стійкі до впливу цвілі і грибків (тропікостійкі), а також такі, що працюють в сильних електричних і магнітних полях.

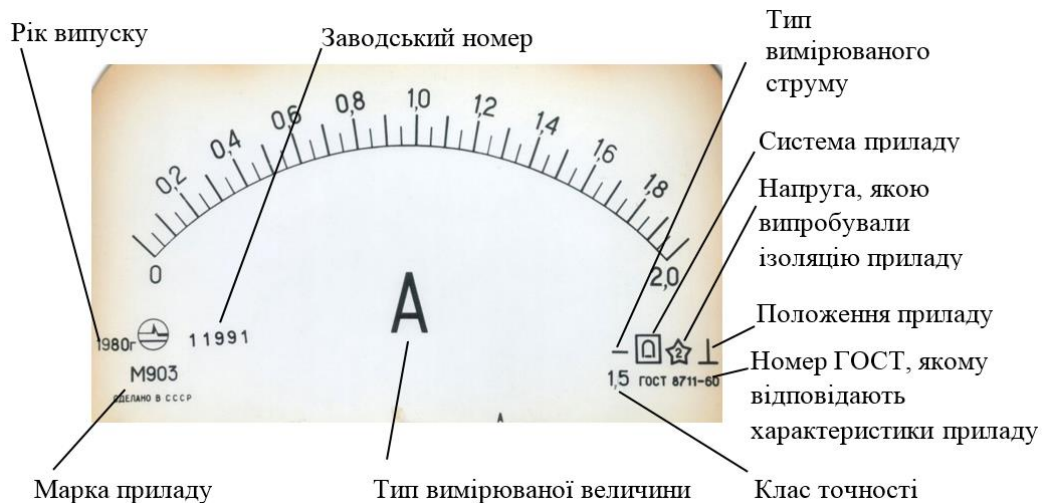


Рис. 2.1. Шкала електровимірювального приладу із позначками

Таблиця 2.2. Основні умовні позначки на шкалі та корпусі електровимірювального приладу [34]

Ескіз	Позначення	Ескіз	Позначення
	Магнітоелектричний, захищений від магнітного поля		Напрямок встановлення за магнітним полем Землі
	Електростатичний, захищений від електричного поля		Міцність ізоляції між системою та корпусом (в кВ)
	Тепловий		Прилад не забезпечує міцність ізоляції
	Сталого струму		Увага! Дивись вказівки з правильної експлуатації
	Змінного струму		Загальна клемка для багатьох граничних приладів
	Сталого та змінного струму		Клемка для з'єднання корпусу з заземленням
<b>1,5</b>	Клас точності		Коректор встановлення нуля
	Горизонтальне розташування приладу		Клемка для з'єднання з екраном приладу
	Вертикальне розташування приладу		Клемка з'єднання з корпусом приладу
	Розташування під нахилом		Обережно! Міцність ізоляції до корпусу не відповідає нормам

## **Завдання для самоконтролю до розділу 2**

1. Наведіть класифікацію методів вимірювань.
2. Наведіть класифікацію похибок вимірювань.
3. Поясніть основні умовні позначення на шкалі і корпусі електровимірювальних приладів.
4. Дайте визначення поняттю «клас точності».
5. Опишіть розрахунок похибки вимірювання приладу.

## **РОЗДІЛ 3.**

### **МАТЕРІАЛИ ТА ПРИСТОСУВАННЯ У ТЕХНІЦІ ЛАБОРАТОРНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ**

Проведення будь-якого хімічного експерименту вимагає застосування стандартного хімічного посуду, а також сполучних і замикаючих вузлів – шлангів, пробок, шліфів. Монтаж найменшої установки неможливий без кріпильних пристосувань і стендів. Майже завжди необхідні фільтри і теплоізолюючі матеріали, чиста вода. Вибираючи скляний або полімерний посуд, необхідно знати його термічну й хімічну стійкість.

Асортимент конструкційних і допоміжних матеріалів, використовуваних у хімічних лабораторіях, досить широкий і з кожним роком збільшується. Надати всім відомим матеріалам вичерпну характеристику неможливо, тому необхідно частіше звертатися до проспектів і каталогів різних фірм.

#### **3.1. Мінеральне скло**

Більша частина хімічного посуду й приладів виготовляється зі скла. Твердість і гладкість поверхні полегшує миття скляного посуду, а прозорість дає експериментаторам можливість стежити за ходом хімічних реакцій і фізичних процесів.

Скло являє собою сплав, який складається з силікатів металів та кремнезему. На відміну від кристалічних речовин, які характеризуються певною орієнтацією атомів або іонів у просторі, скло не має яскраво

вираженої кристалічної ґратки, хоча і складається з окремих мікрокристалічних структур, що розташовані у товщі скла безладно. Скло добре переносить навантаження на стискання, гірше – на вигин, але погано сприймає ударний вплив. Скло не має суворо певної температури плавлення, а поступово розм'якшується та достатньо повільно переходить в рідкий стан.

Основні вимоги до скла як матеріалу для виготовлення лабораторного посуду – термічна та хімічна стійкість [16].

*Термічна стійкість* – це здатність скла витримувати без руйнування різкі коливання температури. Максимальна різниця температур, яку витримує скло, не руйнуючись, є величиною його термічної стійкості. Термічна стійкість скляних посудин залежить, зокрема, від товщини стінок. Наприклад, термічна стійкість виробів із чеського скла «сімакс» з товщиною стінки посудини 1 мм складає 312 °С; 3 мм – 180 °С; 10 мм – 100 °С.

По термостійкості скло розділяють на групи відповідно до їх коефіцієнтів лінійного теплового розширення  $K$  в інтервалі температур від 20 °С до 300 °С:

$$K = \frac{l_1 - l_0}{l_0 \cdot \Delta T},$$

де  $l_0$  – початковий лінійний розмір виробу до нагрівання,  $l_1$  – лінійний розмір виробу після нагрівання на певну кількість градусів  $\Delta T$ , К.

Перша група – це скло з коефіцієнтом теплового розширення від  $7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  до  $9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , до якого відносяться скло ХС1 марки № 23, тюрінгське (Німеччина). Скло цієї групи порівняно легкоплавке та схильне до розшарування, за тривалого нагрівання в полум'ї газового пальника скло втрачає прозорість, стає тьмяним, а після охолодження – шорсткувате на дотик.



Друга група – скло з підвищеною термостійкістю, коефіцієнт теплового розширення якого знаходиться в межах від  $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  до  $6,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Сюди відносяться молібденове скло, ДГ-2, «сіал», «ієнатерм». Молібденове скло (ЗС-5 та ін.) одержало назву завдяки здатності утворювати вакуумно-щільний спай з металевим молібденом. Хімічно воно менш стійке, ніж інше лабораторне скло, проте легке в складувній обробці.

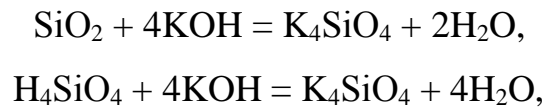
Третя група – скло з високою термостійкістю та коефіцієнтом теплового розширення від  $3,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  до  $4,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . До такого відносяться малолужне боросилікатне скло з високим вмістом оксиду силіцію «пірекс», ТС, «сімакс», «разотерм».

Четверта група – особливо високо термостійке скло типу кварцового з коефіцієнтом теплового розширення від  $5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$  до  $7 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ .

*Хімічна стійкість* – це здатність скла протистояти руйнівному впливу води, кислот, лугів та інших хімічних реагентів. Хімічну стійкість скла визначають по ГОСТ 21400–75 [37], який встановлює класи гідролітичної стійкості (водостійкості), кислотостійкості та лугостійкості скла по втраті маси зразка скла після витримки протягом певного часу у відповідному середовищі. Зокрема, кислотостійкість визначається по втраті маси,  $\text{мг}/\text{см}^2$ , в результаті 6-годинного кип'ятіння скляного зразка в 20,4 %-ній  $\text{HCl}$  (не більше  $7 \cdot 10^{-3} \text{ мг}/\text{см}^2$ ); лугостійкість – по втраті маси,  $\text{мг}/\text{см}^2$ , в результаті 3-годинного кип'ятіння в розчині 1 н.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  + 1 н.  $\text{NaOH}$  (не більше  $1,5 \text{ мг}/\text{см}^2$ ); водостійкість – по об'єму 0,01 н.  $\text{HCl}$ , що пішов на титрування порції дистильованої води, в якій за температури  $98 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$  впродовж 1 год обробляли наважку скла певної маси (не більше  $0,8 \text{ см}^3/\text{г}$ ).

Під впливом води і водних розчинів солей на скло в результаті розчинення та гідролізу силікатів лужних металів на поверхні скла

утворюється захисна плівка з  $\text{SiO}_2$ . Така плівка досить стійка в нейтральних і кислих розчинах (крім  $\text{HF}$ ), але руйнується в лужних через реакції



які переводять у розчин орто- і полісилікати лужних та інших металів, що входять до складу скла.

Таким чином, хімічна стійкість скла в першу чергу визначається його складом. Більш стійкі сорти скла містять більшу кількість малорозчинним оксидів силіцію, алюмінію, бору, цинку, плюмбуму, магнію. Збільшення вмісту добре розчинних оксидів лужних та лужноземельних металів зменшує хімічну стійкість скла.

До складу *будівельного* (віконного) скла, крім кремнезему  $\text{SiO}_2$ , входить оксид натрію  $\text{Na}_2\text{O}$ , оксид кальцію  $\text{CaO}$  та невелика кількість  $\text{MgO}$  і  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Кришталі та оптичне скло містять значні кількості оксиду свинцю  $\text{PbO}$ . Звичайне пляшкове скло містить оксид алюмінію  $\text{Al}_2\text{O}_3$  і оксиди феруму, які надають склу або буро-жовтий ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), або брудно-зелений ( $\text{FeO}$ ) колір. Для надання склу забарвлення в скломасу вводять оксиди деяких металів. Введення оксиду кобальту дозволяє забарвити скло в синій колір, оксиду мангану – в фіолетовий, оксиду хрому – в смарагдово-зелений. Нижче наведені характеристики деяких найбільш уживаних сортів лабораторного скла.

*Кварцове скло* складається з діоксиду кремнію  $\text{SiO}_2$  і є найбільш термостійким склом: коефіцієнт його лінійного розширення в межах від  $0^\circ\text{C}$  до  $1000^\circ\text{C}$  становить усього  $6 \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$ . Тому розжарене кварцове скло, занурене в холодну воду, не розтріскується.

Температура розм'якшення кварцового скла, за якої досягається динамічна в'язкість  $10^6$  Па·с, складає  $1250\text{ }^\circ\text{C}$ . За відсутності значних перепадів тиску кварцові вироби можна застосовувати до цієї температури. Повне ж плавлення кварцового скла, коли з нього можна виготовляти вироби, настає за температури від  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  до  $1600\text{ }^\circ\text{C}$ .

Відомо два сорти кварцового скла: прозорий кварц (рис. 3.1) і молочно-матовий (рис. 3.2). Мутність останнього викликана наявністю дрібних бульбашок повітря, які за плавлення скла не можуть бути вилучені через високу в'язкість розплаву. Вироби з мутного кварцового скла мають майже такі ж властивості, як і вироби із прозорого кварцу, за винятком оптичних і більшій газовій проникності. Поверхня кварцового скла має незначну адсорбційну здатність до різних газів і вологи, але має найбільшу газопроникність серед всіх сортів скла за підвищеної температури.



Рис. 3.1. Трубки з прозорого кварцу

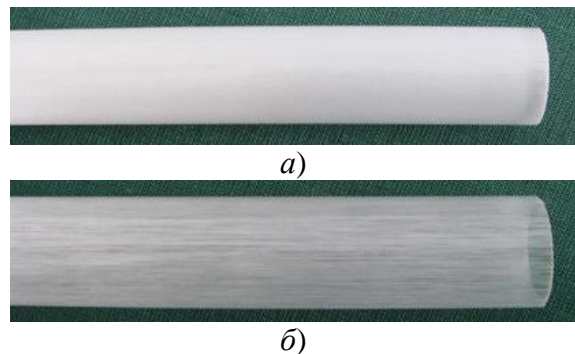


Рис. 3.2. Трубки з молочного а) та матового б) кварцу

Кварцове скло необхідно ретельно оберігати від усяких забруднень, навіть таких як масні сліди від рук. Перед нагріванням кварцового скла наявні на ньому непрозорі плями знімають за допомогою розведеної фторидної кислоти, а жиrowі – етанолом або ацетоном. Поверхневі забруднення можуть викликати розклування, тобто перехід з

метастабільного склоподібного стану в кристалічний, що поступово приводить до швидкого механічного руйнування виробу. Розклування кварцового скла робить його непридатним для нагрівання протягом тривалого часу за температури вище 1100 °С.

Кварцове скло стійке в середовищі всіх кислот, крім HF і H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. На нього не діють до 1200 °С Cl<sub>2</sub> і HCl, до 250 °С сухий F<sub>2</sub>. Нейтральні водні розчини NaF та H<sub>2</sub>[SiF<sub>6</sub>] руйнують кварцове скло за нагрівання. Воно повністю непридатне для робіт з водними розчинами і розплавами гідроксидів лужних металів. Навіть короткочасний контакт із кварцовим склом більшості розплавів хлоридів металів, розплавів лужних металів, магнію та алюмінію унеможливають подальше використання кварцових виробів. За високої температури кварц поводить себе як сильна кислота і взаємодіє не тільки з основами, але й оксидами металів. Кварцове скло за високих температур зберігає свої електроізоляційні властивості.

Скло *марки "вікор"* (отримане методом Вікора) має багато властивостей кварцового скла, тому що містить близько 96 % SiO<sub>2</sub> [25]. Таке скло отримують із боросилікатного скла шляхом його обробки хлоридною кислотою під нагріванням, яка вилучає борати лужних металів. Тонкопористий матеріал, який залишається, піддають потім спіканню. Із цього скла багато фірм виготовляють хімічний посуд, конічні та кульові шліфи.

Скло *марки "пірекс"* є боросилікатним склом із вмістом не менше 80 % SiO<sub>2</sub>, 12–13 % B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 3–4 % Na<sub>2</sub>O і 1–2 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [16]. Воно відомо під різними назвами: корнінг (США), дюран 50, ієнське скло G20 (Німеччина), гизіль, монекс (Англія), ТС (Росія), совірель (Франція), сімакс (Чехія).

Температура розм'якшення скла пірекс до динамічної в'язкості в 10<sup>10</sup> Па·с становить близько 580 °С. Проте скло придатне для робіт за температур до 800 °С, але без надлишкового тиску. За використання

вакууму температуру виробів зі скла пірекс не слід піднімати вище 650 °С. На відміну від кварцового скло пірекс до 600 °С практично непроникне для Н<sub>2</sub>, Не, О<sub>2</sub> та N<sub>2</sub>. Фторидна і нагріта фосфатна кислоти, так само як і водні розчини КОН і NaOH, а тим більше їхні розплави, руйнують скло пірекс.

Згідно із ГОСТ 21400–75 [37], в залежності від хімічної та термічної стійкості в нашій країні для виготовлення лабораторного посуду використовується скло наступних груп (табл. 3.1):

XC1	–	хімічно стійке 1 класу
XC2	–	хімічно стійке 2 класу
XC3	–	хімічно стійке 3 класу
ТХС1	–	термічно і хімічно стійке 1 класу
ТХС2	–	термічно і хімічно стійке 2 класу
ТС	–	термічно стійке (боросилікатне скло)

Хімічну стійкість лабораторного посуду, виготовленого зі скла марок ХС-2 і ХС-3, можна підвищити в декілька разів шляхом обробки внутрішньої її поверхні гарячим розведеним водним розчином сульфатної або хлоридної кислот з наступною витримкою посуду в цих кислотах протягом 10 год.

Таблиця 3.1. Хімічний склад вітчизняних сортів лабораторного скла [16]

Марка	Склад, %							
	SiO <sub>2</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	BaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	MgO
ТХС-1	72,4	8,4	3,6	2,0	4,5	5,1	1,8	–
ТХС-2 Л-50	74,5	6,6	5,5	0,7	4,5	4,2	4,0	–
ХС-3 Л-80	71,5	2,0	2,5	6,5	–	14,5	0,5	2,5
ХС-2 № 29	68,8	–	3,7	7,5	3,5	10,0	3,0	3,5
ХС-3 АМК	71,5	–	1,3	7,2	4,5	14,5	1,0	3,0
ХС-3 АМ	72,0	–	1,5	10,0	–	14,0	–	2,5

Для захисту скла від впливу лужного середовища рекомендують створювати на поверхні скляної посудини спеціальну плівку, обробляючи виріб спочатку 50 %-ною сульфатною кислотою, а потім, після промивання, – розплавленим парафіном або стеарином за 300 °С.

В деяких випадках в процесі нагрівання або за невеликого механічного навантаження посуд може раптово розтріскуватися. Це відбувається через наявність на його поверхні незначних подряпин, що утворюються в процесі механічного очищення посуду піском, вугіллям, металевою щіткою та іншими твердими предметами, та виступають у ролі концентраторів деформацій в подальшому навантаженні. Також не слід використовувати для нагрівання скляних посудин піскові бані.

З метою закріплення скляних виробів у штативах часто недооцінюють тиск різних лапок і тримачів для затягування гвинта. Скляні предмети необхідно закріплювати в затисках, які обладнані прокладками з еластичних матеріалів.

### **Елементарні операції зі склом**

Кожен хімік-експериментатор повинен уміти проводити найпростіші складувні операції: різати скляні трубки і палички, згинати й оплавляти, спаювати та заплавляти трубки, витягувати капіляри [6].

*Розрізування скляних трубок.* Щоб розрізати скляну трубку діаметром не більше 12 мм, спочатку в обраному місці роблять надріз або подряпину алмазом, склорізом або ребром тригранного напилка. Надрізати трубку по всьому периметрі немає необхідності, досить однієї чверті окружності. Багаторазове надпилювання недоцільно, тому що воно тільки послабляє дію першого надрізу. Потім беруть трубку обома руками. Енергійне згинання трубки у бік, протилежний надрізу, і одночасне її розтягування викликають розлам трубки по кружині. Рекомендують

попередньо змочувати місце надрізу водою або водним розчином мила. У цьому випадку скло легше обламується, а краї розламу виходять більш гладкими. Якщо для нанесення подряпини застосовують напилок, то трубку в місці надрізу треба не пиляти, а зробити тільки подряпину.

Для розрізування трубок діаметром більше 15 мм наносять подряпину по всій окружності трубки, а потім нагрітим до червоного кольору залізним дротом товщиною близько 3 мм і зігнутим у вигляді півкола обводять трубку уздовж подряпини. При цьому майже завжди під подряпиною утворюється глибока тріщина, і трубка легко ламається. Якщо тріщина не утворюється, то трубку, знявши із дроту, швидко охолоджують, сильно подувши на нагріту частину або направивши на неї струмінь повітря. Більш зручно залізний дріт закріпити в штативі, розжарити, а потім, поклавши на нього трубку з нанесеною подряпиною, повільно обертати її уздовж по надрізу. Через певний час трубка розламується.

Іноді трубку діаметром від 20 мм до 25 мм надрізають так само, як і трубки з діаметром менше 15 мм, але ламають не руками, а поклавши її на край стола, причому надріз повинен перебувати зверху, а гострий край стола – знизу. Однією рукою притримують кінець трубки, що лежить на столі, іншою беруть другий її кінець та, одночасно відтягуючи і згинаючи, ламають трубку.

Якщо в лабораторії є алмазна пилка, то вона замінить всі наведені вище пристосування для різання скляних трубок.

Товстостінні капіляри і скляні палички діаметром від 3 мм до 10 мм розрізують звичайним способом на злам, якщо їхня довжина перевищує 100 мм. Щоб відрізати від капіляра невелику частину розміром 10 мм і менше, капіляр кладуть на одну з гострих граней призми надрізом нагору так, щоб грань перебувала точно під надрізом. Потім, притримуючи рукою

довгу частину капіляра, різко вдаряють ножом по тій частині, яку потрібно відрізати. Капіляр відпадає точно по надрізу.

Відрізані краї трубки оплавляють у полум'ї пальника або обережно зачищають напилком із дрібною насічкою. Однак зручніше сточити краї шліфуванням. Для цього застосовують наждаковий диск або наждаковий порошок. На товсту скляну пластину поміщають порошок, змочений водою, маслом або гліцерином. Оброблювану поверхню трубки у вертикальному положенні водять круговими рухами по пластині і одночасно обережно притискають до неї трубку. Для одержання гладкої поверхні кінець трубки шліфують за допомогою більш тонкого наждакового порошку.

### 3.2. Кераміка, графіт і азбест

Кераміка (від грец. *keramos* – глина) – неметалічні матеріали й вироби, одержувані спіканням глин і порошоків оксидів металів. Залежно від хімічного складу розрізняють оксидну, карбідну, нітридну та іншу кераміку.

У лабораторіях зазвичай застосовують вироби з оксидної алюмосилікатної кераміки на основі суміші  $\text{SiO}_2$  та  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (фарфор, шамот, динас, діабаз) і кераміку на основі  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (корунд),  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{MgO}$  або  $\text{BeO}$  [25].

*Фарфор* (порцеляна) – білий керамічний матеріал, що просвічує в тонкому шарі і має характерне звучання після удару. Відрізняється водо- і газонепроникністю, механічною міцністю. Термостійкість неглазурованої порцеляни становить близько  $1500\text{ }^\circ\text{C}$ . Глазурована порцеляна менш термостійка. Внаслідок легкоплавкості глазури фарфор можна застосовувати лише до  $1200\text{ }^\circ\text{C}$ . В результаті тривалого нагрівання такої



порцеляни вже за температури близько 1000 °С глазур розскловується і відшаровується.

Порцеляна хімічно стійка до дії більшості кислот і кислих розплавів, крім HF і H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Гідрогенхлорид руйнує фарфор за 800 °С, а вище 1000 °С порцеляна руйнується від впливу хлору. За одночасної присутності в цих газах вуглецьвмісних речовин дія HCl і Cl<sub>2</sub> проявляється за більш низьких температур. Порцеляна поступово руйнується також і в контакті з розплавами гідроксидів лужних металів, кальцію і барію або їх концентрованими водними розчинами.

До складу порцеляни входять: SiO<sub>2</sub> (75 %), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (близько 20 %), K<sub>2</sub>O (близько 4 %). Порцеляну застосовують для виготовлення тиглів, човників, чашок, ступок, шпателів, склянок та інших виробів (рис. 3.3). Тонкостінні порцелянові тиглі можна вносити прямо в полум'я газового пальника, а потім охолоджувати до кімнатної температури. Товстостінні склянки та чашки необхідно нагрівати з обережністю, їх не можна гріти на відкритому полум'ї, а варто застосовувати сітки з азбестовою накладкою.



Рис. 3.3. Лабораторний фарфоровий посуд

*Шамот* – керамічний матеріал сірувато-коричневого кольору, термостійкий до 1400 °С. Якщо до шамоту додати кварцовий пісок, виходить кварцовий шамот, що витримує температуру до 1500 °С. Шамот менш хімічно стійкий, ніж порцеляна, і більше газопроникний. Шамот містить до 54 %  $\text{SiO}_2$  і до 45 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Із шамоту виготовляють муфельну теплоізоляцію електропечей, тиглі та цегли для газових печей.

*Динас* – сірувато-коричневий керамічний матеріал, що розм'якшується за температури 1350 °С і плавиться вище 1650 °С. Вироби з динасу нижче 600 °С не переносять різких коливань температур. Динас менш газопроникний, ніж шамот. Кислоти, крім  $\text{HF}$ , на динас не діють. Динас складається на 95 % з  $\text{SiO}_2$  і містить ще до 4 %  $\text{CaO}$ . Головна перевага виробів з динасу – збереження форми без якої-небудь усадки до самого моменту плавлення.

*Діабаз* – матеріал сіро-чорного кольору із синюватим відливом, що відрізняється твердістю та хімічною стійкістю. Температура початку розм'якшення діабазу складає 1000 °С. Вироби з діабазу стійкі до дії майже всіх агресивних середовищ, крім  $\text{HF}$ ,  $\text{H}_2[\text{SiF}_6]$  і розплавів гідроксидів лужних металів.

Отримують діабаз розплавлюванням діабазової або базальтової гірської породи за температури близько 1500 °С. З діабазу готують чаші, тиглі, човники і трубки шляхом відливу його розплаву в металеві форми.

*Корунд (алунд)* – прозорий твердий вогнетривкий матеріал з температурою плавлення 2044 °С. Температура початку деформації виробів з корунду під навантаженням 0,2 МПа становить близько 1900 °С. Корунд відрізняється винятково високою хімічною стійкістю. Посуд з корунду (рис. 3.4) до 1700 °С не зазнає впливу всіх газів, крім фтору, який починає руйнувати корунд вище 500 °С. Вироби з корунду не пристосовані тільки для робіт із фторвмісними розплавами, розплавами гідроксидів,



Рис. 3.4. Вироби з корунду

карбонатів, нітратів і гідросульфатів лужних металів, з якими він починає взаємодіяти за  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ . За більш високих температур корунд реагує з  $\text{SiO}_2$  з утворенням алюмосилікатів.

Складається корунд із  $\text{Al}_2\text{O}_3$  з домішкою до  $5\%$   $\text{SiO}_2$ . Корунд без домішки  $\text{SiO}_2$  називається *мікроліт*, а прозорі вироби з нього – *полікор*.

*Кераміка з діоксиду цирконію* – біла або сіра сплавлена маса, яка володіє дуже високою міцністю, що зберігається до майже  $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Температура початку деформації виробів із цієї кераміки під навантаженням становить близько  $2400\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Теплопровідність її значно нижче, ніж теплопровідність всіх інших керамічних матеріалів з оксидів металів, що дозволяє використовувати таку кераміку як високотемпературну теплоізоляцію. Різкі коливання температур кераміка не витримує. Вона має високу хімічну стійкість у середовищах, що містить речовини кислого та основного характеру. Зокрема, кераміка не руйнується під дією концентрованої фторидної, хлоридної, нітратної та фосфатної кислот до температури  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Тиглі з  $\text{ZrO}_2$  витримують вплив розплавів натрію, калію, бісмуту і свинцю до температур  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; магнію і алюмінію – до температур  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Кераміка, крім  $\text{ZrO}_2$ , містить стабілізуючі добавки  $\text{CaO}$  або  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , що запобігають фазовому перетворенню  $\text{ZrO}_2$  за температури  $1170\text{ }^{\circ}\text{C}$ , яке супроводжується спочатку стисканням виробу, а потім його розширенням в процесі охолодження.

*Периклазова кераміка* – сіра тугоплавка тверда маса з температурою плавлення, що досягає  $2800\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Однак через здатність кераміки

взаємодіяти з водяною парою і підвищену леткість у вакуумі, високе значення коефіцієнта лінійного розширення та порівняно невелику теплопровідність практичне застосування периклазової кераміки обмежено в атмосферних умовах областю температур від 2000 °С до 2200 °С, а у відновному середовищі та у вакуумі температурою не вище 1700 °С.

Периклазова кераміка складається із кристалічного оксиду магнію. Вона добре витримує дію органічних кислот і кислотоутворюючих газів, зокрема SO<sub>2</sub>, NO<sub>2</sub> та H<sub>2</sub>S, майже не взаємодіє з лужними середовищами і водою, не піддається руйнуванню неорганічними кислотами. У тиглях і човниках з периклазової кераміки можна без внесення забруднень плавити метали, які не відновлюють магній, наприклад олово, мідь, цинк та ін. Такою керамікою футерують високотемпературні печі, які працюють за температур до 2000 °С на повітрі і навіть у парах лужних металів.

*Графіт* – речовина чорного кольору з металевим блиском, алотропна модифікація карбону, найбільш стійка за звичайних умов. Графіт характеризується високою пористістю і хімічно інертний. За 400 °С він починає окиснюватись киснем повітря і взаємодіяти з оксидами нітрогену, а з галогенами – утворювати сполуки включення. У хімічній практиці використовують вироби зі скловуглецю та пірографіту (рис. 3.5).

*Скловуглець* – дуже тверда речовина чорного кольору з металевим блиском, термічно стійка до температури 3000 °С. Цей матеріал практично

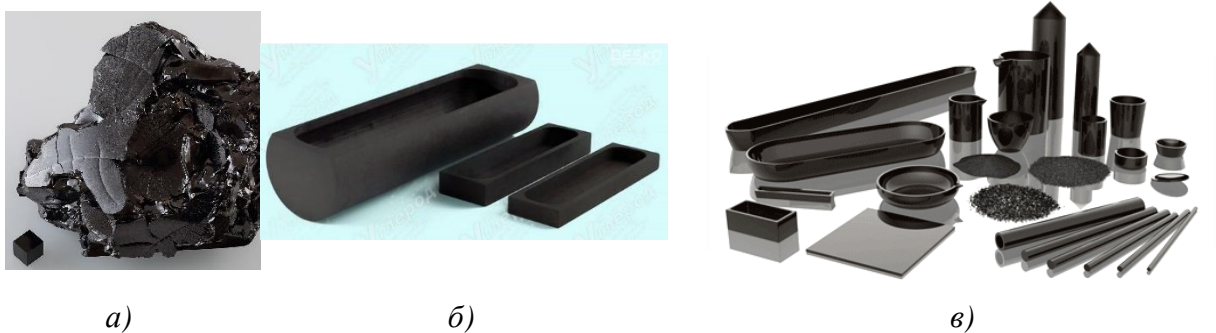


Рис. 3.5. Скловуглець а), пірографіт б) та вироби з скловуглецю в).

не реагує із фторидною, нітратною і сульфатною кислотами і їхніми сумішами, із бромом і фтором, з розплавами багатьох металів, фторидів, сульфідів і телуридів. За температури до 400 °С піддається окисненню в незначному ступені. Скловуглець має малу газопроникність і важко піддається механічній обробці, витримує значні коливання температур. Вироби зі скловуглецю (тиглі, човники, чашки) використовують для робіт з особливо чистими речовинами. На жаль, технологічні особливості виробництва скловуглецю і його висока твердість обмежують розміри виробів, особливо товщину їхніх стінок. Отримують скловуглець шляхом спеціальної графітизації целюлози за температур близько 2500 °С.

*Пірографіт* – щільна чорна речовина, що нагадує багато в чому скловуглець. Пірографіт не взаємодіє за температур нижче 1400 °С з оксидами кремнію, цирконію, берилію, алюмінію та магнію. Нижче 300 °С він стійкий до дії розплавів лужних і лужноземельних металів, свинцю, бісмуту, олова та галію. На нього не діють за температури нижче 600 °С розплави алюмінію і цинку. За температур, що не перевищують 1500 °С, у виробках з пірографіту можна проводити в інертному середовищі роботи з нітридами, силіцидами та боридами металів.

*Азбест* – вогнестійкий природний мінерал із групи гідросилікатів волокнистої будови, що володіє здатністю розщеплюватися на тонкі міцні волокна (рис. 3.6, а). Азбест – це групова назва двох основних гідросилікатів: *серпентину* та *амфіболу*, різновидом якого є *антофіліт*. Термічна стійкість азбесту залежить від складу утворюючого його мінералу: серпентиновий азбест за температури вище 400 °С втрачає майже всю хімічно зв'язану воду, що знижує механічну міцність на 35 %, вище 700 °С руйнується вся структура мінералу, а за температури 1550 °С настає його плавлення. Антофілітовий азбест не змінюється в процесі нагрівання до 900 °С. Серед різних видів азбесту найбільш кислотостійкий

амфіболовий азбест. На нього не діють розведені водні розчини кислот, крім фторидної, не змінюється він і у лужному середовищі.

Через утворення легкоплавких речовин в процесі взаємодії азбесту з алюмосилікатами він непридатний для внутрішньої теплоізоляції печей, муфель або тигель яких виготовлені із шамоту. Якщо ж футеровка печі виконана з периклазу, то азбест витримує нагрівання до 1400 °С.

Азбест застосовують у вигляді вати, паперу, картону, тканини (рис. 3.6, б, в). З нього роблять азбопластики, хімічно та термічно стійкі матеріали, у яких зв'язуючим є фенолформальдегідні смоли, пропілен, поліетилен і кремнійорганічні полімери.

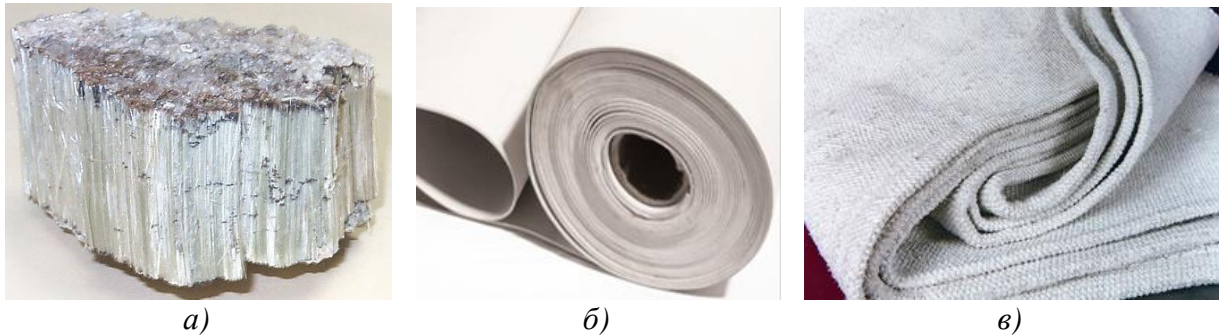


Рис. 3.6. Азбест *a)*, азбестовий папір *б)* та азбестова тканина *в)*

Азбестову вату необхідно завжди тримати злегка зволоженою, щоб уникнути утворення азбестового пилу, який викликає важкий різновид силікозу – азбестоз. Операції з азбестовою ватою необхідно проводити у витяжних шафах та у рукавичках, захищаючи органи подиху за допомогою респіраторів типу "пелюсток".

### 3.3. Полімерні матеріали

Асортимент полімерних матеріалів, застосованих у хімічних лабораторіях, збільшується з кожним роком [3], [5], [11], [21], [25].

*Фторопласт-4* (PTFE; тефлон у США, поліфлон у Японії, хостафлон у Німеччині, флюон в Англії) – політетрафторетилен з повторюваною формульною одиницею  $(-CF_2-CF_2-)_n$ , має високу хімічну стійкість. На фторопласт-4 не діють киплячі фторидна, сульфатна, нітратна, фосфатна кислоти і їхні різні суміші. Не змінюється він у розплавах КОН, NaOH та  $K_2S_2O_7$ . Полімер стійкий у киплячих органічних розчинниках. Фтор, трифторид хлору, дифторид кисню чинять помітну дію на фторопласт-4 тільки за температури вище  $150\text{ }^\circ\text{C}$ . Лужні метали і їхні оксиди за температури вище  $200\text{ }^\circ\text{C}$  швидко руйнують полімер. Вироби із



Рис. 3.7. Лабораторний посуд із фторопласту-4

фторопласта-4 застосовують в інтервалі температур від мінус  $190$  до плюс  $260\text{ }^\circ\text{C}$ . Розкладання полімеру починається за температура вище  $360\text{ }^\circ\text{C}$  (вище  $420\text{ }^\circ\text{C}$  в результаті розкладання утворюється токсична сполука перфторізобутилен  $(CF_3)_2C=CF_2$ ).

Фторопласт-4 фізіологічно нешкідливий, має низький коефіцієнт тертя, високі діелектричні властивості, але низьку теплопровідність. Він не зварюється і важко склеюється. Основні види скріплення вузлів фторопластових установок і посудин – фланцеві та різьбові. Із цього полімеру роблять склянки, чашки, трубки, шланги, сільфони, пластини для фільтрування.

*Фторопласт-3* (дайфлон у Японії, кель-Ф у США) – поліхлортрифторетилен з формульною одиницею  $(-CF_2-CClF-)_n$ . Це прозорий полімер, що трохи поступається фторопласту-4 хімічною і термічною стійкістю. Фторопласт-3 починає розкладатися за температури вище  $200\text{ }^\circ\text{C}$ . Посуд з нього можна охолоджувати рідким азотом, не

побоюючись розтріскуванні, він не втрачає при цьому своїй газонепроникності. Фторопласт-3 стійкий до дії більшості кислот, розчинників і окисних реагентів, включаючи фтор. В процесі нагрівання полімер набухає в хлорвмісних розчинниках ( $\text{CCl}_4$ ,  $\text{CHCl}_3$ ,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  та ін.), толуолі, діетиловому ефірі, зі збільшенням маси до 20 %.

З фторопласту-3 виготовляють мірний посуд, колби, чашки та різні вузли установок для одержання особливо чистих речовин.

*Поліетилен* (PE) – молочно-прозорий полімер з формульною одиницею  $(-\text{CH}_2-)_n$ . Він відомий двох видів: поліетилен високого тиску (низької густини, PE-LD, політен, луколен), стійкий до 100 °С, і поліетилен низького тиску (високої густини, PE-HD, хостален), що зберігає свою міцність до 120 °С. У посудинах з поліетилену низького тиску можна кип'ятити воду, не побоюючись зміни їхньої форми. Однак він не витримує охолодження до низьких температур і вже нижче -30 °С стає твердим, як скло.

На поліетилен обох видів навіть за температури 100 °С не діють концентровані галогенводневі кислоти, крім HF,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 30 %-на  $\text{HNO}_3$  та 50 %-ний водний розчин KOH або NaOH. У концентрованій  $\text{H}_2\text{SO}_4$  він стійкий за температури нижче 40 °С, у її середовищі поліетилен лише світлішає. В органічних розчинниках поліетилен набрякає. Серед усіх полімерних матеріалів поліетилен має найменшу проникність для водяної пари.

З поліетилену роблять мірний посуд для робіт із фторидною кислотою будь-якої концентрації (рис. 3.8). Необхідно мати на увазі, що поліетилен, отриманий за низького тиску, містить включення сполук металів, що потрапили в полімер з каталізатора. Зольність такого поліетилену досить висока і коливається від 0,4 % до 2,0 %. Поліетилен можна зварювати нагріванням гарячим повітрям.



*Поліпропілен* (PP, моплен, профакс та ін.) - полімер з формульною одиницею  $(-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-)_n$ , стійкий до впливу температур від мінус 20 °С до плюс 140 °С ( $T_{\text{плавл}} = +175 \text{ °С}$ ). По хімічній стійкості поліпропілен поступається тільки фторопластам. За температури 20 °С на нього не діють водні розчини усіх галогенводневих кислот, фосфатна, перхлоратна (до 10 %), нітратна (до 50 %) і сульфатна (до 90 %) кислоти. Він не руйнується у водних розчинах гідроксидів калію і натрію, аміаку, пероксиду гідрогену. Ароматичні, аліфатичні і хлоровані вуглеводні викликають за температури близько 25 °С лише невелике набрякання полімеру. Органічні кислоти і галогени абсорбуються поліпропіленом і повільно дифундують крізь нього. Для поліпропілену характерна висока стійкість до багаторазових вигинів і стирання.

З поліпропілену виготовляють високоякісний мірний посуд і численні вироби лабораторного призначення, шланги та пробки (рис. 3.9).



Рис 3.8. Лабораторний посуд з поліетилену високого тиску.



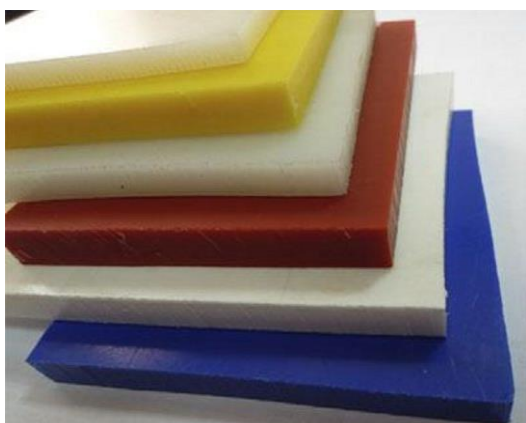
Рис. 3.9. Лабораторний посуд із поліпропілену.

*Полівінілхлорид* (PVC, вінідур, саран, вестоліт, хосталіт, вінол, сікрон, ніпеон, джеон та ін.) – полімер з формульною одиницею складу  $(-\text{CH}_2-\text{CHCl}-)_n$ . Він може бути і прозорим, і забарвленим у світлий червоно-

коричневий колір. Полімер застосовують у температурному інтервалі від мінус 20 % до плюс 60 °С; за більш високих температур полівінілхлорид переходить у гумоподібний стан, а за температури нижче -20 °С стає ламким. В процесі нагрівання до 110 °С і вище полімер розкладається з виділенням HCl.

Полівінілхлорид стійкий до дії водних розчинів солей, КОН та NaOH (до 50 %), концентрованих водних розчинів галогенводневих кислот, етанолу, метанолу та алифатичних вуглеводнів. Всі інші органічні розчинники викликають набрякання полімеру. Розчиняється в циклогексаноні, диметилформаміді, ацетоні, обмежено – у бензолі.

На практиці часто використовують не чистий полімер, а матеріали на його основі – вініпласт і пластикат (рис. 3.10). Вініпласт є твердим термопластичним матеріалом, який містить термо- і світлостабілізатори, антиоксиданти та ін. Також до його складу вводять до 35 % модифікаторів (каучуки, хлорований поліетилен), до 20 % наповнювачів (аеросил, крейда, сажа), до 10 % пластифікаторів. Інший вид – пластикат – випускається найчастіше у вигляді листового гнучкого матеріалу і відрізняється високою морозостійкістю, яка досягає мінус 65 °С.



а)



б)

Рис. 3.10. Матеріали на основі полівінілхлориду – вініпласт а) та пластикат б).

*Поліметилметакрилат* (органічне скло, плексиглас, діакон та ін.) – полімер з формульною одиницею  $[-\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3)(\text{COOCH}_3)-]_n$ . Прозорий, легко піддається механічній обробці, зварюванню та склеюванню. Органічне скло більш стійке до дії водних розчинів основ, ніж мінеральне скло. За температур нижче  $90\text{ }^\circ\text{C}$  на нього не діють розведені водні розчини кислот, крім  $\text{HCOOH}$  і  $\text{CH}_3\text{COOH}$ . У концентрованих кислотах полімер набухає, а в полярних органічних розчинниках частково втрачає масу і розтріскується в поверхневому шарі ("сріблення" полімеру).

Поліметилметакрилат розчиняється в ацетоні, хлороформі, бензолі, дихлоретані, тетрахлориді карбону. За температур вище  $120\text{ }^\circ\text{C}$  полімер руйнується зі зміною забарвлення до жовто-червоного.

*Полістирол* (PS,  $(-\text{C}(\text{C}_6\text{H}_5)-\text{CH}-)_n$ ) – продукт полімеризації стиролу. Не розчиняється у воді, спиртах, слабких розчинах кислот і лугів. Теплоізолятор за низьких температур. Застосовують як тару для зберігання HF. Температура розм'якшення близько  $180\text{ }^\circ\text{C}$ .

### 3.4. Метали

Метали знаходять порівняно обмежене застосування для виготовлення хімічного посуду, якщо не вважати посудини, які працюють під тиском. Виключення становлять вироби із платини і деяких платинових металів, золота, срібла та нікелю та інколи із хромонікелевої сталі.

Метали привертають увагу експериментаторів тим, що вони витримують різкі перепади температур, мають високу теплопровідність та електропровідність і можуть бути використані в широкому температурному інтервалі та за підвищеного тиску.

*Платина* – сріблясто-білий пластичний метал, що плавиться за 1772 °С. Для виготовлення посуду і приладів її легують іридієм, що підвищує механічну та хімічну стійкість металу. Платинові вироби не взаємодіють за температури 25 °С з галогенводневими кислотами, сульфатною, фосфатною і нітратною кислотами. Платина стійка в атмосфері хлору до 260 °С, в атмосфері фтору до 480 °С, на неї не діють полісульфатні кислоти до 400 °С. Руйнується платина в середовищі селенатної кислоти, у хлоридній кислоті, насиченій хлором, та у суміші нітратної та хлоридної кислот.

Платина реагує за підвищених температур з білим фосфором, сіркою, кремнієм, миш'яком, бором і вуглецем. Вона утворює сплави зі свинцем та оловом. Особливо небезпечно плавити та прожарювати в платиновому посуді гідроксиди, нітрати, карбонати, пероксиди, надпероксиди та озоніди лужних металів. Не можна допускати контакту із платиною  $\text{SiO}_2$  у присутності відновників (активоване вугілля, газ полум'я пальника та ін.) і плавити в платинових тиглях скло вище 900 °С. Варто уникати застосування залізних тигельних щипців для захоплення нагрітих платинових виробів. На щипці треба завжди надягати платинові наконечники. Розпечений платиновий посуд встановлюють тільки на пластинки з порцеляни.

Застосовують платину для виготовлення тиглів, човників, чашок, трубок, шпательів, електродів, термопар та електронагрівачів, широко використовують у фізико-хімічних приладах.

*Срібло* – м'який білий метал, що плавиться за 962 °С. Для підвищення механічної і хімічної стійкості його легують нікелем до 0,1 %. Такий сплав незамінний для роботи з розплавами гідроксидів і карбонатів лужних металів.

Галогенводневі і сульфатна кислоти за температури 25 °С на срібло не діють, а нітратна й нагріті концентровані водні розчини фосфатної й сульфатної кислот, а також водні розчини ціанідів лужних металів у присутності кисню повітря руйнують срібні вироби. Сірководень і сірка вже за 40 °С перетворюють срібло в сульфід  $\text{Ag}_2\text{S}$ . Срібло взаємодіє із хлором, бромом та йодом навіть за 25 °С, у присутності вологи і світла ця взаємодія прискорюється. Вище 600 °С срібло руйнується пероксидами та сульфатами лужних металів.

Зі срібла виготовляють тиглі, човники, чашки, шпателі і дріт.

*Нікель* – сріблясто-білий пластичний метал, що плавиться за температури 1455 °С. Вище 800 °С окиснюється по поверхні киснем повітря, повільно взаємодіє з розведеними водними розчинами хлоридної і сульфатної кислот, більш енергійно – з розведеним водним розчином нітратної кислоти і галогенами. Концентровані нітратна та сульфатна кислоти пасивують метал. Нікель стійкий до дії фтору до 600 °С.

Основна перевага нікелю – інертність до дії розплавів і концентрованих розчинів лугів. Тому з нього виготовляють човники, чашки та тиглі для робіт у цих середовищах замість більш дорогих срібних виробів.

### **3.5. Матеріали для фільтрування**

Асортимент матеріалів для фільтрування досить широкий: папір, дрібнопористе скло, волокнисті полімерні речовини, кераміка, азбест, скловолокно, пористий графіт та ін. Вибір матеріалу фільтра визначається станом осаду та складом розчину і їхньою взаємодією з матеріалом фільтра.

*Фільтрувальний папір* – продукт лужної або кислотної переробки коротковолокнистої целюлози. Гігроскопічний матеріал і у повітряно-сухому стані містить близько 5 % води. Надходить у продаж у вигляді аркушів і кружків різного діаметра. Якість паперу визначають кількістю золи, що залишається після її спалювання, і пористістю. На кожній пачці круглих фільтрів вказують масу золи. Фільтр вважають беззольним, якщо після його спалювання маса золи не перевищує  $7 \cdot 10^{-5}$  г.

Густина (пористість) фільтрувального паперу кожна фірма позначає своїми знаками. Зокрема, *червоною* стрічкою на пачці круглих фільтрів більшість фірм відзначає *велику пористість* паперу із середнім розміром пор порядку 5,0 мкм (рис. 3.11). *Білою* стрічкою позначають папір *середньої пористості* ( $3 \pm 0,5$ ) мкм, а *синьою* – *малу пористість* (1,0 мкм), призначену для фільтрування дрібнозернистих осадів.



Рис. 3.11. Фільтрувальний папір різної пористості.

Фільтрувальний папір не можна використовувати для фільтрування гарячих водних розчинів сильних кислот і лугів. В такому середовищі папір перетворюється на драглисту масу, хоча хімічний склад його помітно не змінюється. Папір руйнується і водними розчинами гідроген пероксиду, і нітратною кислотою навіть невисокої концентрації.

Випускають також паперові фільтри, просочені кремнійорганічними сполуками для швидкого та повного відокремлення водних розчинів від органічних розчинників у випадку незмішуваності. Виробляється і чорний фільтрувальний папір, що містить активоване вугілля між волокнами целюлози. Такий фільтр дозволяє сполучати процеси фільтрації та сорбції.

*Скляні фільтри* (фільтри Шота) – це пластинки з роздрібненого і потім спеченого скла різного складу (рис. 3.12, а). Вони можуть бути плоскими, круглими, опуклими, відшліфованими з усіх боків або тільки з боків, циліндричними та конічними, патронними, прямокутними, залежно від місця розташування в приладі і умов поділу твердої та рідкої фаз. Скляні фільтри розрізняються по пористості та товщині.



а)



б)

Рис. 3.12. Скляні фільтри а) та фільтри з пористої порцеляни б).

Відповідно до стандарту ISO для скляних фільтрів використовується такий поділ:

*Клас 00*, від 250 мкм до 500 мкм. Дуже грубий фільтр, проходить навіть пісок. Використовується для розпилення газів в рідинах і як перегородка, наприклад в колонах для хроматографії, осушення (цеоліти), іонного обміну. Така пористість майже не зустрічається на практиці.

*Клас 0*, від 160 мкм до 250 мкм. Менш грубий. Використовується для тих же цілей, що і з класом 0. Зустрічається на практиці на відміну від фільтрів з пористістю 00, впаюється дуже легко.

*Клас 1*, від 100 мкм до 160 мкм. Фільтрування грубозернистих осадів, особливо у в'язких рідинах.

*Клас 2*, від 40 мкм до 100 мкм. Найпоширеніша пористість, більшість осадів фільтрується саме на такому фільтрі.

*Клас 3*, від 16 мкм до 40 мкм. Поширений. Для більш дрібнозернистих опадів. На такому фільтрі також зазвичай фільтрують ртуть.

*Клас 4*, від 10 мкм до 16 мкм. Кількісне фільтрування дуже дрібнозернистих осадів типу сульфату барію. Використовується в ртутних клапанах (наприклад, для пропускання газу тільки в один бік або підтримки певного надлишкового тиску газу). Також застосовують для фільтрування грубих колоїдних розчинів. Для прискорення процесу необхідний перепад тиску.

*Клас 5*, від 1 мкм до 1,6 мкм. У хімічному експерименті майже не зустрічається, іноді використовується для дрібних колоїдних осадів. Основне призначення – відокремлення мікроорганізмів, стерилізація води, повітря, розчинів. Для фільтрування води вимагає помітний перепад тиску. Впаювання викликає помітні складності.

Рідше для визначення пористості використовується *стандарт ASTM*:

*Клас EC* (Extra Coarse) – від 170 мкм до 220 мкм.

*Клас C* (Coarse) – від 40 мкм до 60 мкм.

*Клас M* (Medium) – від 10 мкм до 16 мкм.

*Клас F-BS* (Fine BS) – від 4 мкм до 10 мкм.

*Клас F-ASTM* (Fine ASTM) – від 4 мкм до 5,5 мкм.

*Клас VF* (Very Fine) – від 2 мкм до 2,5 мкм.

*Клас UF* (Ultra Fine) – від 0,9 мкм до 1,4 мкм.



Крізь скляні фільтри можна фільтрувати концентровані кислоти, крім фторидної, і розведені водні розчини лугів. Нагріті концентровані розчини останніх руйнують скляні фільтри.

Перевагою скляних фільтрів є порівняна легкість їхнього очищення, промивання і висушування осаду, можливість швидкого фільтрування під вакуумом і зважування разом з фільтром.

Скляні фільтри можна нагрівати до 350 °С за умови повільного підвищення температури з наступним поступовим охолодженням. Їх не можна нагрівати на відкритому полум'ї та піддавати різким змінам температури.

*Фільтри з пористої порцеляни* (рис. 3.12, б) застосовують у тих випадках, коли відфільтровані осади потрібно прожарити, не знімаючи з фільтра. Вони, як і скляні фільтри, непридатні для фільтрації нагрітих концентрованих водних розчинів лугів. Зокрема, 60 %-ний водний розчин КОН за 160 °С руйнує пористу порцеляну протягом 1 год.

*Тканинні фільтри.* Асортимент тканинних фільтрів з полімерних речовин досить великий. Потрібний фільтр необхідно вибирати, виходячи зі складу суспензії, виду розчинника та температури розділюваних фаз.

*Поліакрилонітрилові* тканини (нітрон, орлон, плутон) відрізняються високою міцністю в сухому та вологому стані. Вони придатні для фільтрування концентрованих сульфатної та хлоридної кислот, концентрованих водних розчинів лугів навіть за 100 °С.

*Поліамідні* тканини (капрон, найлон, анід) також стійкі до дії водних розчинів лугів за температур, близьких до 100 °С, і витримують вплив розведених кислот за звичайних температур. Папір з найлона-44 (полі-*m*-фениленізофталаміда) витримує нагрівання до 250 °С без зміни міцності і не розчиняється в органічних розчинниках.

*Полівінілхлоридні* тканини (хлорин) мають високу стійкість у кислих середовищах і мінеральних маслах, такі тканини уникають мікроорганізми. Окисники і концентровані водні розчини лугів руйнують полімер. Нагрівання тканини витримують тільки до 60 °С.

*Поліпропіленові* тканини досить стійкі до дії кислот, основ і сильних окисників, а по механічній міцності близькі до лавсанових тканин. Вони розчиняються в бензині, ксилолі і тетрахлоретані, а вище 110 °С швидко втрачають свою міцність.

*Поліетиленові* тканини можна застосовувати в середовищі органічних і неорганічних кислот, у водних розчинах лугів за температур до 110 °С.

*Поліефірні* тканини (лавсан, терилен, дакрон) відрізняються високою термостійкістю (до 150 °С). Тканини не руйнуються в середовищі окисників і кислот, але швидко втрачають свою міцність у нагрітих водних розчинах лугів.

*Фільтри з волокнистопористого фторопласту* (зайтекс у США; флюорокс в Англії) придатні для робіт практично з усіма реагентами за температур до 300 °С. Максимальний розмір пор у таких фільтрах не перевищує  $10^{-3}$  мм. Фільтри не розбухають і не деформуються. Такі фільтри здатні затримувати дрібнодисперсні осадки, тому їх застосовують для фільтрації гелів і високотемпературних розчинів лугів і сильних кислот, лікарських препаратів. На фторопластових фільтрах не розвиваються грибки та бактерії, їх можна стерилізувати, причому неодноразово. Вони не мають запаху і не сприймають його. Фторопластовий фільтр добре прилягає до будь-якої підкладки, тому використовується для вакуум-фільтрування.

*Фільтри з пористого поліетилену* можна легко отримати в будь-якій лабораторії в потрібній для фільтрування формі. Зокрема, для отримання

пластинки поліетиленовий порошок змішують із хлоридом натрію в співвідношенні 1:4 по масі, і суміш витримують у сушильній шафі за 150 °С. Після охолодження спечену масу промивають теплою водою.

*Допоміжні речовини для фільтрування* [25]. Так називають речовини, що додають до суспензій для збереження швидкості фільтрування, запобігання злежуваності осадів і закупорювання фільтрів часточками осадів. До них відносять паперову масу і азбест, перліт, силікагель, активоване вугілля та діатоміт.

Допоміжну речовину або додають до суспензії (від 0,01 % до 4,0 % від її маси), або наносять тонким шаром на використовуваний фільтр перед фільтруванням. Допоміжні матеріали застосовують у тих випадках, коли в наступних операціях потрібний *тільки фільтрат*. Виключення становлять паперова маса та активоване вугілля, попередньо оброблене кислотами. Вони в процесі прожарювання осаду згорають, майже не залишаючи золи. У точних аналітичних роботах і для отримання особливо чистих речовин допоміжні матеріали в процесі фільтрування не застосовують.

*Перліт* – склоподібна порода вулканічного походження («вулканічне скло»), що складається в основному з  $\text{SiO}_2$  та  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Перед застосуванням перліт прожарюють за 900 °С, при цьому з нього виділяються газу і вода, він збільшується в об'ємі приблизно в 20 разів, утворюючи зерна білого кольору неправильної форми, які включають велику кількість порожніх комірок, тому його пористість досягає 90 %. Після прожарювання перліт обробляють під нагріванням хлоридною кислотою, розведеною водою у відношенні 1:5. Застосовують перліт для фільтрування тільки кислих або нейтральних суспензій.

*Діатоміт* (кізельгур, трепел, інфузорна земля) – світло-жовта м'яка гірська порода, утворена із силікатних панцирів відмерлих водоростей-інфузорій або діатомей, що відклалися колись у морських і прісних водах.

Кращі сорти діатоміту складаються на 94 % з  $\text{SiO}_2$  і мають пористість, що досягає 93 %.

Перед використанням діатоміт просівають і великі частки обпалюють. Діатоміт слабо взаємодіє із сильними кислотами, але нестійкий у водних розчинах лугів. У процесі фільтрування він може забруднювати фільтрат колоїдною глиною та деякими солями.

### 3.6. Гума та каучуки

*Гума* – продукт вулканізації хлоропренового каучуку, що має здатність до більших оборотних деформацій. Температура експлуатації звичайної гуми коливається в інтервалі від мінус  $50\text{ }^\circ\text{C}$  до плюс  $150\text{ }^\circ\text{C}$ . Теплостійкі гуми витримують температуру до  $+200\text{ }^\circ\text{C}$ , а морозотривкі – до  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ . Термічна деструкція гуми сильно прискорюється в присутності кисню та інших окисників. За температури нижче  $-20\text{ }^\circ\text{C}$  звичайна гума стає крихкою. За температури нижче  $+70\text{ }^\circ\text{C}$  на неї не діють концентровані водні розчини основ і кислот, крім сульфатної і нітратної. Руйнують гуму такі окисники, як гідроген пероксид, галогени, водні розчини дихроматів і перманганатів лужних металів [6].

Гума набрякає в органічних розчинниках і здатна розчиняти в помітних кількостях газу, особливо такі як  $\text{SO}_2$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{CO}$  і  $\text{N}_2$ , у меншому ступені  $\text{H}_2$  і  $\text{He}$ . Ці газу повільно проникають крізь гуму. Вона проникна також для пари води, тому застосування її у вакуумній техніці обмежено.

Гума старіє в атмосфері  $\text{O}_2$  і на світлі, при цьому її поверхня спочатку стає клейкою, а потім крихкою, після чого гума розтріскується.

В лабораторній практиці гума знайшла своє застосування для виготовлення шлангів та корків. Необхідно пам'ятати, що гума схильна до

старіння, особливо під дією ультрафіолету та під впливом окисників, тому гумові вироби бажано зберігати в темному вологому місці. Перед використанням гумові шланги та корки необхідно промити 5 %-ним розчином лугу та чистою водою, що попередить швидке розтріскування поверхні.

*Кремнійорганічний каучук* (силоксановий, силіконовий каучук) – полімер  $(-R_2SiO-)_n$ . Такий каучук більш термічно стійкий, чим гума з натурального або синтетичного каучуку [25]. Тривалість експлуатації виробів із кремнійорганічного каучуку на повітрі за 120 °С становить до 20 років, а за 200 °С – не менше 1 року. Однак газопроникність цього каучуку в десятки разів вище, ніж у природного ізопренового та синтетичного хлоропренового. Ще більш термостійким є силастик ЛС-53 (метил-3,3,3-трифторпропілсиліконовий каучук), який не втрачає еластичності в температурному інтервалі від мінус 68 °С до плюс 205 °С.

Силоксановий каучук стійкий у середовищі більшості кислот, крім фторидної і концентрованих нітратної та сульфатної. Полімер поступово руйнується концентрованими водними розчинами КОН і NaOH, набрякає і розчиняється в  $CCl_4$ ,  $CHCl_3$ , простих і складних ефірах, вуглеводнях.

Кремнійорганічний каучук стійкий до впливу кисню повітря, а в процесі згоряння виділяє  $SiO_2$  і велику кількість енергії у формі теплоти. За температури нижче -50 °С полімер стає крихким.

### **3.7. Вода**

Воду знаходить своє застосування в лабораторній практиці не тільки як реагент та середовище для проведення хімічних реакцій, її часто використовують як складову частину приладу: у реометрах, ротаметрах, у приладах, які регулюють і реєструють потоки газу та ін.

Чисту або особливо чисту воду одержують шляхом однократної або багаторазової перегонки водопровідної води в спеціальних апаратах різноманітної конструкції [26]. Така вода зветься *дистильованою*. За відсутності фірмових перегінних апаратів її одержують, застосовуючи прилади для перегонки рідин (рис. 3.13). Приймачами чистої води слугують посудини із фторопласту-4, кварцу або скла марки "вікор". Щоб уникнути потрапляння домішками з повітря не рекомендують застосовувати для перегонки води вакуумні установки. Оскільки з парою води надходять у холодильник розчинені у воді гази, які виділяються в процесі кипіння ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  та ін.), то збирають тільки передостанню фракцію.



Рис. 3.13. Дистиллятори різного типу для отримання дистильованої води.

Способом контролю чистоти дистильованої води є перевірка її електропровідності, яка свідчить про наявність розчинних сполук іонного характеру. Питома електрична провідність знесоленої води нижче  $1 \cdot 10^{-8}$  Ом·см. Однократна перегонка води у кварцовій установці приводить до отримання чистої води з питомою електричною провідністю порядку

$1 \cdot 10^{-6}$  Ом·см, цілком придатної для використання в більшості хімічних операцій. За відсутності кондуктометра якість води можна перевірити за допомогою інших двох параметрів:

- рН дистильованої води має знаходитись в межах 5,5...6,5;
- після упарювання води не повинно залишатись сухого залишку.

Найбільші утруднення викликає зберігання чистої води без зміни її якості. Вода в процесі зберігання здатна розчинити багато газів ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{SO}_2$  і  $\text{NH}_3$ ), що містяться в повітрі лабораторій. За невисоких вимог до чистоти води її можна зберігати в скляних бутлях, захищених від потрапляння газів кислого характеру хлоркальцієвими трубками або склянками Тищенко з тим же поглиначем ( $\text{Ca(OH)}_2 + \text{NaOH}$ ). Для запобігання чистої води від потрапляння аміаку з повітря перед склянкою Тищенко для сухих поглиначів встановлюють склянки Дрекслея або Мюнке з розведеною сульфатною кислотою. Розчиненню у свіжоперегнаній воді кисню повітря запобігають розміщенням замість склянки Тищенко поглинальних колон з лужним розчином пірогалолу або іншими реагентами, що взаємодіють з киснем. Для очищення води від домішок застосовують також іонообмінні установки, і тоді отриману з них воду називають *деіонізованою* або *демінералізованою*. Питома електрична провідність такої води, обумовлена тільки присутністю іонів, коливається від  $5 \cdot 10^{-8}$  Ом·см до  $1 \cdot 10^{-7}$  Ом·см [26].

### **Завдання для самоконтролю до розділу 3**

1. Охарактеризуйте найбільш вживані в хімічній лабораторії сорти лабораторного скла.
2. Охарактеризуйте найбільш вживані в хімічній лабораторії сорти кераміки.

3. Охарактеризуйте метали, які застосовуються для виготовлення хімічного посуду.
4. Охарактеризуйте полімерні матеріали, найбільш поширені в хімічній лабораторії.
5. Охарактеризуйте вживані в хімічній лабораторії матеріали для фільтрування.
6. Охарактеризуйте вживані в хімічній лабораторії допоміжні речовини для фільтрування.
7. Обґрунтуйте застосування графіту та азбесту в хімічній лабораторії.
8. Охарактеризуйте дистильовану воду як регент, робоче та реакційне середовище.
9. Отримання дистильованої води в лабораторії.



## РОЗДІЛ 4.

### ХІМІЧНИЙ ПОСУД

Хімічний посуд, що випускається фірмами для потреб лабораторій, надзвичайно різноманітний [20]. Треба уникати проведення конкретного хімічного експерименту в посуді або приладі, не призначеному для нього. Можливість здійснення синтезу речовини з максимальним виходом і необхідною чистотою багато в чому залежить від правильного вибору хімічного посуду і надійного з'єднання його різних видів в лабораторній установці за допомогою шліфів, затворів, трубок і інших сполучних елементів.

Весь посуд можна поділити на такі групи:

1. Посуд загального призначення (пробірки, колби, стакани, лійки, банки, склянки Салюцо-Вульфа, неградуйовані циліндри, промивні склянки, товстостінні колби Бунзена, ексикатори, насадки, переходи, вигини та ін.) – використовується для проведення препаративних робіт, приготування робочих розчинів тощо.

2. Посуд спеціального призначення (дефлегматори, посудини Дьюара та Вейнгольда, багатоелементні лабораторні апарати) – використовується тільки для виконання певних видів робіт і потребує обережного поводження, що пов'язано або зі складною внутрішньою будовою (склянки та насадки), або із високими вимогами до механічної та термічної стійкості посуду (вакуумний посуд).

3. Мірний посуд (пробірки, піпетки, пікнометри, бюретки, колби, мензурки) – призначений для вимірювання об'єму рідин, визначення

густини речовин або приготування розчинів певної концентрації. Заборонено використовувати мірні колби для зберігання розчинів.

#### **4.1. Хімічний посуд загального призначення**

Хімічні склянки – це низькі або високі плоскодонні циліндри з носиком або без нього. Їх виготовляють із різних сортів скла та порцеляни, а також полімерних матеріалів. Вони бувають тонкостінними і товстостінними, мірними і простими (рис. 4.1). Склянки із фторопласту-4 застосовують у роботах із сильно агресивними речовинами, а поліетиленові або поліпропіленові – для експериментів за участю фторидної кислоти. Якщо потрібно підтримувати певну температуру під час реакції або фільтрування осаду, то застосовують склянки з термостатуючою сорочкою. Синтез речовин з масою до 1 кг проводять у стаканах-реакторах із пришліфованою кришкою, що має кілька тубусів для введення в склянку осі мішалки, труб холодильника і подільної лійки та інших пристосувань. У таких посудинах можна підтримувати вакуум або невеликий надлишковий тиск.

Нагрівати хімічні склянки на відкритому вогні газового пальника не можна через можливе їхнє розтріскування. Треба обов'язково під склянку підкладати азбестовану сітку або застосовувати для нагрівання рідинні бані, електричні плитки з керамічним верхом.

*Колби* бувають круглodonними, плоскодонними, конічними, гостродонними, грушоподібними, з різним числом горловин і відростків, зі шліфами і без шліфів (рис. 4.2). Місткість колб може коливатися від 10 мл до 10 л, а термостійкість досягати 1000 °С. Колби призначені для проведення препаративних і аналітичних робіт. В залежності від складності колби можуть мати від однієї до чотирьох горловин для



Рис. 4.1. Хімічні лабораторні склянки: *a* – висока з носиком; *б* – висока з носиком термостійка; *в* – низька з носиком; *г* – висока з носиком градуйована; *д* – висока без носика градуйована; *е* – градуйована з термостатованою сорочкою.

обладнання їх мішалками, холодильниками, дозаторами, кранами для з'єднання з вакуумною системою або для подачі газу та ін. *Грушоподібні колби* (рис. 4.2, ж) необхідні тоді, коли в процесі перегонки рідини пара не повинна перегріватися наприкінці процесу. Обігрівана поверхня такої колби не зменшується зі зменшенням дзеркала рідини. Перевагою *плоскодонних колб* є стійке положення на лабораторному столі. *Гостродонні колби* (рис. 4.2, к) можуть мати від одної до трьох горловин. Їх застосовують у тих випадках, коли для перегонки рідини необхідно залишити невеликий її об'єм або видалити з розчину рідку фазу повністю, сконцентрувавши сухий залишок у вузькій частині колби. *Колба К'ельдаля* (рис. 4.2, з) має довге горло і грушоподібну нижню частину. Її застосовують для визначення азоту і виготовляють зі скла марки "пірекс".

Звичайні *конічні колби* (рис. 4.2, д, е) зветься колбами *Ерленмейера*. Вони мають, як правило, плоске дно, але горловина їх може забезпечуватися пришліфованою пробкою і навіть мати сферичний шліф,

що дозволяє повертати під потрібним кутом трубки всілякого призначення, які вставляють у колбу. Колби, що не мають пришліфованого горла, закривають ковпачками, що дає можливість обертати колбу для перемішування її вмісту без небезпеки розбризкування. Основна область застосування колб Ерленмейера – титриметричні методи аналізу.



*Рис. 4.2.* Лабораторні колби: *а* – плоскодонна з широкою горловиною; *б* – плоскодонна з шліфованою горловиною; *в* – круглдонна з шліфованою горловиною; *г* – круглдонна тригорлова; *д* – конічна плоскодонна з широкою горловиною; *е* – конічна плоскодонна з шліфованою горловиною; *ж* – грушоподібна; *з* – К’ельдаля; *к* – гостродонна; *л* – Вюрца; *м* – Бунзена; *н* – реторта.

Товстостінні конічні колби з бічним тубусом одержали назву *колб Бунзена* (рис. 4.2, м). Ці колби призначені для фільтрування під вакуумом. Товщина стінок колб становить від 3 мм до 8 мм, що дозволяє витримувати граничний залишковий тиск не більше 1400 Па. Місткість колб коливається від 100 мл до 5,0 л. Під час фільтрування колби необхідно закривати рушником або дрібною капроною чи металевою сіткою, щоб уникнути їхнього розриву, який звичайно супроводжується розлітанням уламків скла. Тому перед роботою колбу Бунзена треба уважно оглянути. Якщо в склі будуть виявлені бульбашки або подряпини на поверхні, то вона для фільтрування під вакуумом непридатна.

Для перегонки рідин застосовують досить різноманітні по конструкції колби. Найбільш простими з них є *колби Вюрца* (рис. 4.2, л) круглодонні колби з бічним відростком, до якого приєднують холодильник. Для роботи з рідинами з високою температурою кипіння відросток повинен бути розташований ближче до кулястої частини колби. Легкокиплячі рідини переганяють у колбах Вюрца з відростком, розташованим ближче до відкритого кінця горла. У цьому випадку в дистилат попадає менше бризок рідини.

*Реторти* (рис. 4.2, н) – старий алхімічний посуд, що застосовувався в середньовіччя для отримання сульфатної і нітратної кислот. Місткість реторт звичайно становить до 3 л. Зараз реторти застосовують для перегонки рідин з високою температурою кипіння, які легко конденсуються вже за повітряного охолодження. Реторти обладнують спеціальними приймачами конденсату. Верхній тубус із пробкою в реторті слугує для завантаження реагентів, введення термометра або для дозування рідин у процесі перегонки. Його використовують і для очищення реторт.

*Дзвони* – посудини з товстими стінками (від 3,0 мм до 6,0 мм), пришліфованою нижньою частиною, обладнаною фланцем (рис. 4.3). Шліф притирають до товстого плоского скла і змазують для герметичності. Застосовують дзвони для демонстраційних дослідів у великих аудиторіях, коли можливе виділення шкідливих речовин у вигляді аерозолі. Експериментатори використовують дзвони для контрольних дослідів з легкозаймистими речовинами або їх зберігання.



Рис. 4.3. Лабораторні дзвони а) та ковпаки б).

*Ковпаки* випускають з одним або двома тубусами. Вони, як і дзвони, мають товсті стінки і пришліфовану нижню частину без днища. Тубуси в ковпаків потрібні для створення в них вакууму, введення реагентів, видалення продуктів реакції. Ковпаки дозволяють проводити візуально спостережувані реакції з невеликими порціями речовин у випадку підозри на їхню здатність до займання, вибуху або виділення отруйних газів.

*Склянки* – посудини різноманітного призначення – від посудин для зберігання твердих і рідких речовин до посудин, застосовуваних для одержання і очищення газів.

Для очищення і промивання газів і як запобіжні посудини застосовують склянки Дрекселя і Тищенко (рис. 4.4).

Склянку Дрекселя найбільш часто застосовують у лабораторній практиці. Промивну рідину наливають у склянку до 1/2 її висоти, а трубку, що доходить майже до дна склянки, приєднують до джерела газу. Більш ефективно промивання газу досягається або створенням перегородки внизу склянки з пористого скла, або приплавленням до нижнього кінця центральної трубки пластинки або циліндра з пористого скла, що забезпечує дроблення бульбашок газу.

Для лужних водних розчинів застосовують склянки Дрекселя, виготовлені з поліетилену та поліпропілену. Центральна трубка таких склянок закінчується пористим фторопластовим або поліпропіленовим патроном. Для полегшення фільтрації газу через пористу скляну перегородку її роблять широкою.



Рис. 4.4. Промивні склянки Дрекселя (а-г), пробірочного типу (д-е) та Тищенко (ж-з): а – з прямою трубкою; б – з пористим склом; в – з циліндричним розширенням; г – з пористою насадкою; д – поглинач Зайцева; е – поглинач Ріхтера; ж – склянка для рідкого поглинача; з – склянка для твердого поглинача.

Обробку невеликої кількості очищеного газу з порівняно невеликим вмістом в ньому домішок, які легко видаляються, проводять у склянках *пробірочного типу* з діаметром до 25 мм і висотою до шліфа до 150 мм. Іноді такі склянки за допомогою гумових шлангів поєднують у батарею, що складається із трьох і більш послідовно з'єднаних посудин.

*Склянки Тищенка* можна використовувати як для рідких, так і для твердих реагентів. Рідину в склянку Тищенка наливають на 1/4 її висоти. Очищений газ проходить у такій склянці через отвір у нижній частині перегородки, і з появою вакууму з боку джерела газу рідина із правого відділення просто перетікає в ліве, а газ повторно очищається. У склянці Тищенко для твердих речовин внутрішня перегородка трохи не доходить до нижньої пришліфованої пробки, що слугує дном склянки.

Для отримання і промивання газів, як запобіжні посудини перед водоструминним насосом, для зберігання чистої води та титрованих розчинів, дозаторів рідин використовують *склянки Салюцо-Вульфа* (рис. 4.5), які виготовляють із товстостінного скла (від 2,5 мм до 3,0 мм) з різною кількістю тубусів.



Рис. 4.5. Склянки Салюцо-Вульфа: *а* – двотубусна; *б* – тритубусна; *в* – одностубусна зі зливом, для зберігання дистильованої води.

*Промивалки* – це посудини, які дозволяють спрямувати тонкий струмінь рідини на осад для його промивання на фільтрі або для його



змивання зі стінок склянки або фільтра. Промивалки застосовують також і для видалення забруднень зі стінок посудин перед роботою.

*Ексикатори* – товстостінні скляні або з полімерних матеріалів посудини із пришліфованою кришкою для висушування та зберігання речовин, що легко поглинають вологу з повітря.



Рис. 4.6. Промивалки різного типу.

Всі ексикатори мають перфорований порцеляновий диск, покритий з однієї сторони глазур'ю. На диску розміщаються посудини з висушуваними речовинами. Ексикатори поділяють на *ексикатори Шейблера* і *вакуум-ексикатори*. Вакуум-ексикатори дозволяють швидше і повніше видаляти вологу з висушеної речовини. Щоб зняти кришку вакуум-ексикатора, спочатку треба впустити в нього повітря, обережно відкриваючи кран, інакше струмінь повітря, що уривається, може розкидати висушену речовину. Після цього кришку знімають так само, як і в ексикаторі Шейблера.

Вакуум-ексикатор, виготовлений з полімерних матеріалів, має поліпропіленовий корпус і прозору високу кришку з полікарбонату із двома тубусами верхньої або бічної частини кришки, що, як і у скляних ексикаторах, пришліфована. Бічний вакуумний кран виготовлений з тефлону. Внутрішній перфорований диск виконаний з поліпропілену.



Рис. 4.7. Ексикатори: *а* – ексикатор Шейблера; *б* – вакуум-ексикатор; *в* – поліпропіленовий ексикатор.

*Подільні лійки* – це подовжена циліндрична, грушоподібна або сферична посудина, застосовувана найчастіше для поділу рідин, що не змішуються, або для дозування рідини, яку вводять у реакційну посудину краплями чи невеликими порціями (рис. 4.8). Трубка в подільних лійках може бути короткою та трохи подовженою залежно від умов використання, але діаметр трубки повинен бути таким, щоб рідина в ній не затримувалася. Кран, як правило, не змащують для запобігання потрапляння змащення в рідину, тому переважно використовують подільні лійки із фторопластовими кранами або кранами із прозорими оплавленими шліфами.

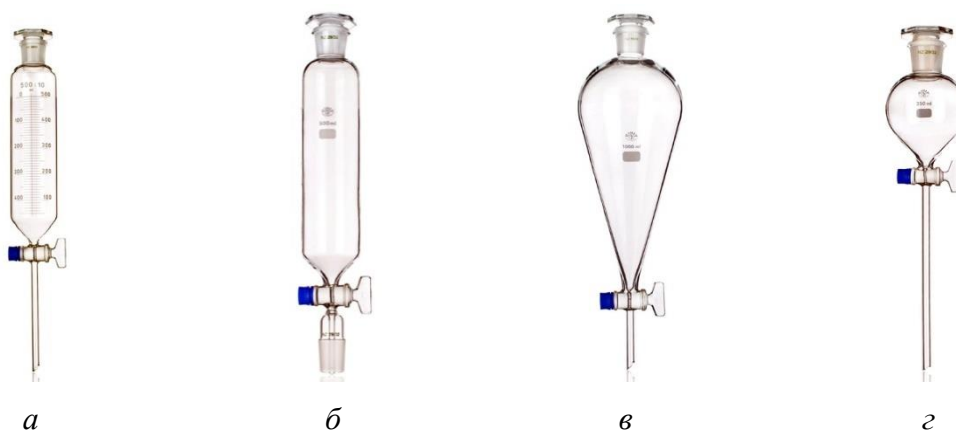


Рис. 4.8. Подільні лійки: *а* – циліндрична градуйована; *б* – циліндрична неградуйована зі шліфом; *в* – грушоподібна; *г* – сферична.

*Лійки лабораторні* призначені для пересипання чи переливання речовин, їх застосовують для фільтрування рідин (рис. 4.9). Хімічні лійки для сипучих речовин мають короткий і широкий носик, що полегшує перенесення сухої речовини. Лійки для переливання та фільтрування мають видовжений вузький носик, що збільшує швидкість фільтрації та дозволяє використовувати із вузькогорлими ємностями. Лійки для фільтрування значних об'ємів рідин мають ребрення внутрішньої поверхні, а для переливання в'язких рідин – гвинтоподібне ребрення внутрішньої частини конуса та витягнутий капілярний носик, що сприяє утворенню невеликого розрідження під час руху невеликих порцій рідини в носіку. Для фільтрування розчинів сильних кислот та розчинів, компоненти яких мають сильні окисні властивості, застосовують фільтруючі лійки Шота із пористого скла.

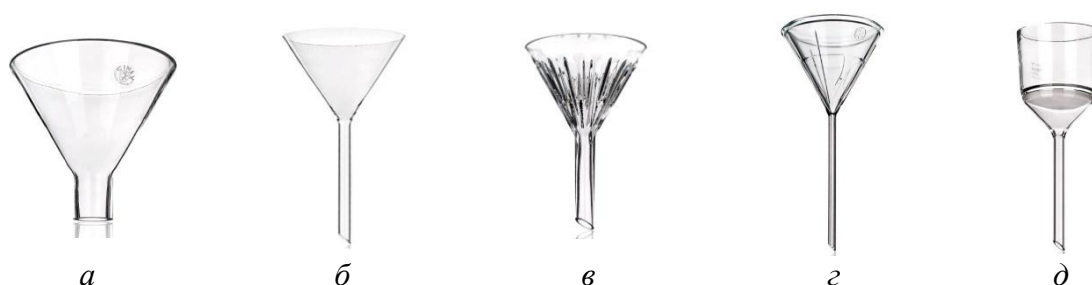


Рис. 4.9. Лабораторні хімічні лійки: *а* – для сипучих речовин; *б* – для переливання та фільтрування; *в* – для фільтрування великих об'ємів; *г* – для переливання в'язких рідин; *д* – для фільтрування агресивних речовин.

*Крапельниці* – посудини для рідин, які витрачають по краплях (рис. 4.10). В одних крапельницях набір рідини в піпетку здійснюється за допомогою гумових балончиків, в інших рідина витікає коли нахилюють посудину.

*Бюкси* (склянки Бюкса) – скляні посудини із пришліфованою кришкою, застосовувані для зберігання й зважування рідких та твердих

речовин у невеликих кількостях, зразків і проб (рис. 4.11). Пришліфовані поверхні в бюксах не змащують, щоб уникнути потрапляння змащення в речовину. Якщо потрібна висока герметичність, то застосовують бюкси із прозорими оплавленими шліфами. Зважування човників після спалюванні або прожарювання проби речовини виконують у бюксах типу "собачка". Застосовують такі бюкси в тих випадках, коли залишок від спалювання або прожарювання може взаємодіяти з повітрям і його домішками.



Рис. 4.10. Лабораторні крапельниці.



Рис. 4.11. Склянки Бюкса для зважування.

*Холодильник* – це прилад для конденсації пари за допомогою охолоджувального середовища, найчастіше води (рис. 4.12). Холодильники встановлюють або похило, коли потрібно зібрати конденсат у приймачі, або вертикально для повернення конденсату в колбу з киплячою рідиною. У цьому випадку холодильник називають *зворотним*. Якщо температура затвердіння конденсату вище температури охолодної води, то в холодильник подають нагріту в термостаті воду, що запобігає намерзанню конденсату у внутрішній трубці холодильника.

*Прямоточний холодильник Вейгеля-Лібиха* зазвичай застосовують для перегонки рідин з температурою кипіння від 100 °С до 150 °С. Холодильник має охолоджувальну сорочку відносно великого діаметра.



Рис. 4.12. Холодильники: *a* – прямоточний Вейгеля-Лібіха; *б* – зворотний Лібіха; *в* – кульковий Аліна; *г* – спіральний Дімрота.

Коефіцієнт теплообміну зменшується зі збільшенням довжини холодильника, тому доцільно застосовувати замість одного довгого холодильника два холодильники менших розмірів. Холодильник Вейгеля-Лібіха може виконувати функції і повітряного холодильника, якщо його розташувати вертикально і пару висококиплячої рідини спрямувати в сорочку через верхній відросток, а з нижнього відбирати конденсат. У результаті розігріву в центральній трубці виникне безперервний вертикальний потік холодного повітря. В цьому випадку найбільш ефективні холодильники з більш широкою центральною трубкою та можливо меншим діаметром оточуючої її сорочки.

*Кульковий холодильник Аліна* є типовим зворотним холодильником. Завдяки більшій поверхні охолодження холодильники Аліна коротше холодильників Вейгеля-Лібіха. Через кульковий холодильник зручно вставляти вісь мішалки, вводити в реактор різні речовини, добре змивані в колбу конденсатом і підігривають їм. Звичайне число кульок у таких

холодильників коливається від 3 до 8. По ефективності як зворотний холодильник Аліна поступається холодильнику Дімота, який витримує значні перепади температур. *Холодильник Дімота* рекомендується як зворотний холодильник. Він має найбільш високий коефіцієнт теплообміну. Його не використовують для фракційної перегонки рідких сумішей через великий газовий об'єм і здатність затримувати в похиленому положенні багато конденсату.

*Ступки* призначені для ручного здрібнювання твердих речовин (рис. 4.13). Вибір ступки залежить від твердості речовини. Вони можуть бути порцеляновими, металевими, з полістиролу, скляними і агатовими. Твердість матеріалу ступки завжди повинна бути більше твердості стираної речовини. Здрібнювання твердої речовини, яку б ступку не обрали, приводить до забруднення її матеріалом ступки. Тому здрібнювання особливо чистих речовин необхідно проводити іншим способом.

Для грубого здрібнювання технічних продуктів застосовують сталеву *ступку Абіха*, виготовлену з в'язкої, ударостійкої хромонікелевої сталі. Кінець сталевого товкачика, що стикається з речовиною, має насічку. Речовину дроблять ударом молотка по товкачику, повертаючи його після кожного удару. Остаточне здрібнювання і розтирання речовини ведуть шляхом обертання товкачика з легким натиском уже без застосування молотка. Для зручності видалення здрібненого матеріалу циліндр ступки роблять знімним.

*Порцелянові та скляні ступки* найпоширеніші в лабораторіях. Для стирання речовини його насипають у ступку на 1/3 її об'єму. Спочатку обережними ударами товкачика розбивають великі шматки, доводячи їх до розмірів пшеничного зерна, а потім повільно розтирають круговими рухами товкачика, не притискаючи його сильно до стінок ступки. Під час

здрібнювання речовину періодично зчищають зі стінок і товкачика порцеляновим шпателем, збираючи речовину до центра ступки.



Рис. 4.13. Ступки та пести для механічного ручного подрібнювання: *а* – сталева ступка Абіха; *б* – порцелянова ступка; *в* – скляна ступка; *г* – агатова ступка.

*Агатіві ступки* по зовнішньому вигляді аналогічні порцеляновим і використовуються для тих же цілей. Максимальне завантаження стираної речовини в такій ступці не повинне перевищувати  $2 \text{ см}^3$ . Кристали кварцу  $\text{SiO}_2$ , корунду  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , каситериту  $\text{SnO}_2$  та інших речовин із твердістю більше 6 одиниць по шкалі Мооса в агатових ступках розтирати не можна через механічну деструкцію останніх.

*Чашки* застосовують для випарювання різних по складу розчинів і для робіт з біологічними середовищами (рис. 4.14). Вони можуть бути порцеляновими, платиновими, срібними, кварцовими, зі скла марки "пірекс".

*Порцелянові чашки* можуть бути плоскодонними та круглодонними. Усередині вони покриті глазур'ю, зовні глазур доходить до  $1/3$ – $1/2$  висоти від краю чашки. Круглodonні чашки легше очищати від залишків

випареної речовини. Крім того, в таких чашках до кінця випарювання розчину осад збирається в центрі, а не розподіляється по всьому днищу, як у плоскодонних. Плоскодонні циліндричні чашки називають *кристалізаторами* і застосовують охолодженні ємностей з розчинами.



Рис. 4.14. Чашки, тиглі та човники: *а* – скляна випарна чаша; *б* – порцелянова випарна чаша; *в* – скляний кристалізатор; *г* – чашка Петрі; *д* – порцеляновий тигель; *е* – платинові чаша та тигель; *ж* – порцеляновий човник; *з* – годинникове скло.

*Платинові чашки* мають форму порцелянових: їх застосовують для випарювання розчинів, що містять фторидну кислоту і її солі. Перед роботою платинові чашки обробляють 15 %-ною хлоридною кислотою до зникнення жовтувато-фіолетових плям (сполуки феруму) на їхній поверхні, яка повинна бути сріблястою і незабарвленою.

У порцелянових чашках розчини упарюють або на рідинних банях, або на повітряних чи піскових. Упарювати розчини в скляних і кварцових чашках на піскових банях не рекомендується. Для використання платинових чашок пісок бані повинен бути ретельно оброблений розведеною хлоридною кислотою для видалення з нього домішок сполук феруму.



*Скляні чашки Петрі*, виготовлені з тонкостінного скла з невисоким бортиком, застосовують у демонстраційних досвідах, а також для зважування твердих речовин і випаровування на повітрі розчинів (як кристалізатори).

*Тиглі* – конічні посудини з вогнетривких матеріалів для прожарювання або спалювання різних речовин для аналітичних операцій [20]. Виготовляють тиглі з кераміки, скла та металів. Всі тиглі, як правило, обладнують кришками. Нагрівають тиглі або в тигельних і муфельних печах, або на газових пальниках без азбестованих сіток, розташовуючи тигель у порцеляновому трикутнику. Порцелянові тиглі витримують нагрівання до 1200 °С. Більш термостійкими є тиглі з алунду (до 1500 °С), графіту (у відновній атмосфері до 3000 °С). Виготовляють тиглі і з інших вогнетривких матеріалів. Тиглі із платини, срібла і нікелю витримують нагрівання без деформації відповідно до 1400 °С, 700 °С і 1100 °С. Область застосування тиглів із цих металів визначається їхньою хімічною стійкістю.

*Човники*, як і тиглі, призначені для прожарювання речовин для їхнього аналізу та для синтезу невеликих кількостей сполук шляхом взаємодії твердих фаз із газами за нагрівання. Човники виготовляють із тих же матеріалів, що й тиглі. Порцелянові човники глазур'ю не покривають; зазвичай вони мають кільце, за яке їх можна витягати з муфельної печі або трубки-реактора.

*Шпателі-ложки* або *шпателі* бувають порцелянові, платинові, з нержавіючої сталі, полімерних матеріалів. Вони необхідні для витягування речовин з посудин, для змішування твердих речовин, зняття осадів з фільтрів.

Годинникові скла слугують кришками хімічних склянок, колб і мініатюрних чашок для зважування невеликих кількостей речовин або випарювання.

#### 4.2. З'єднувальні елементи

Скляні шліфи – це щільне з'єднання двох скляних виробів із притертими, пришліфованими поверхнями. Шліф складається з *муфти* (лійки шліфа) і *керна* (конуса шліфа) (рис. 4.15). Щоб закріпити керн і муфту, до їхніх трубок припаюють "вусики", на які надягають гумку або пружинку.

За основу конусних (нормальних) взаємозамінних шліфів для лабораторного посуду взятий усічений конус із конусністю 1:10. Вони виготовляються зі шліфованою (КШ) і нешліфованою (КН) поверхнею. За розмір шліфа приймається відношення найбільшого діаметра  $D$  (у міліметрах) до висоти  $H$  (у міліметрах), наприклад КШ 14/23 [20].

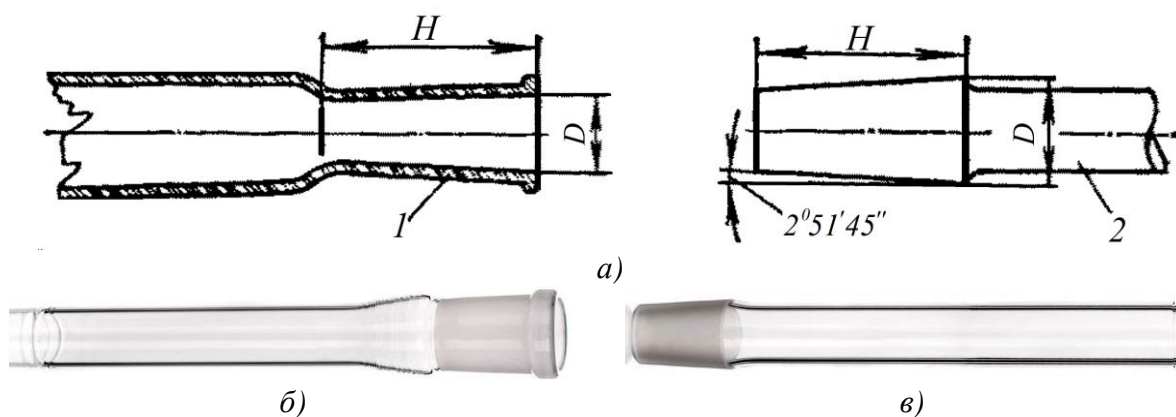


Рис. 4.15. Конуси взаємозамінювані а) та муфта б) з керном в).

*Заливні шліфи* застосовують у тих випадках, коли за умовами експерименту не можна на шліф наносити змащення. Тоді в якості його

використовують ту рідину, яка знаходиться в приладі. Шліфи можуть мати термостатуючу сорочку.

*Сферичні шліфи* типу "куля-чашка" – гнучкі шарніри, що дозволяють повертати деталі на кут до  $20^\circ$  (рис. 4.16). Щільність з'єднання в сферичних шліфів більше, ніж у конусних. *Циліндричні шліфи* мають поступальний та обертовий рух і тому їх широко застосовують у скляних реакторах для перемішування рідин, для руху по вертикалі (нагору або вниз) деталі без порушення режиму експерименту.



Рис. 4.16. Шліфи сферичні – керн а) та муфта б).

Якщо шліф змащується, то у вертикальному положенні частин приладу муфта повинна бути нагорі, а керн – унизу. В такому випадку речовина не буде забруднена змащенням. Частини апарату, який зважують, для аналізу речовин повинні закінчуватися керном, тому що його легше очищати. Щоб зменшити можливість потрапляння змащення в апарат, застосовують двохзонні шліфи, керн яких має кільцеподібну канавку посередині шліфованого конуса. Замість змащення роль ущільнювача може виконувати манжета, виготовлена з тонкої фторопластової плівки. Для деяких експериментів муфту і керн виготовляють із фторопласта.

В процесі зберігання шліфів у зібраному виді між ними поміщають невеликі шматочки тонкого паперу, щоб попередити можливість заїдання шліфа. У такому виді зберігають скляні крани та посудини зі шліфами.

Перед початком роботи шліфи змащують. Змащення підвищує герметичність з'єднання, оберігає його від руйнування агресивними середовищами і заїдання, полегшує обертання притертих поверхонь. Вибір змащення залежить від роду роботи та складу рідини або газу [3], [5].

У природі немає універсальних змащень і замазок, стійких до всіх хімічних і температурних впливів. Тому вибір змащення і замазки багато в чому залежить від досвіду роботи.

*Жирове мастило Рамзая* використовується для роботи з вакуумом. Воно являє собою розчин сирого каучуку у вазеліні та парафіні. Для його отримання змішують сирий каучук, вазелін і парафін у співвідношеннях від 7:3:1 до 16:8:1.

*Апієзонове мастило (апієзон)* – суміш високомолекулярних напіврідких вуглеводнів – продуктів переробки нафти, очищених від летучих домішок. Апієзон стійкий до дії галогенів, але через значну текучість легко видавлюється зі шліфів.

*Силіконове мастило* – суміш безбарвних кремнійорганічних сполук, що характеризується хімічною інертністю, гідрофобністю, термоокиснювальною стабільністю, відносно малою зміною в'язкості зі зміною температури. Мастило може бути використане за температур до 200 °С (за більш високих температур воно полімеризується з виділенням газу).

*Фторопластове мастило* – змащення на основі фторопласту-3 з низьким ступенем полімеризації. На таке мастило не діє озон, триоксид сульфуру, концентрована нітратна кислота, галогени та інші сильні окисники. Мастильними властивостями фторопластове мастило поступається тільки силіконовому.

### 4.3. Запірні та перехідні елементи

Запірні пристосування різного виду є відповідальними вузлами приладів та установок. Вони дають можливість регулювати потоки газів і рідин, підтримувати вакуум або надлишковий тиск, запобігати контактам контрольованої фази з навколишнім середовищем. Від їхньої надійності залежить правильність хімічного аналізу і якість синтезованої речовини.

*Крани.* Прості крани бувають одноходові і багатоходові (рис. 4.17). Крани можуть бути скляними та з фторопластовою пробкою. У готовому до використання крані пробку прив'язують міцною ниткою до муфти крана, щоб вона не втратилась під час зберігання.

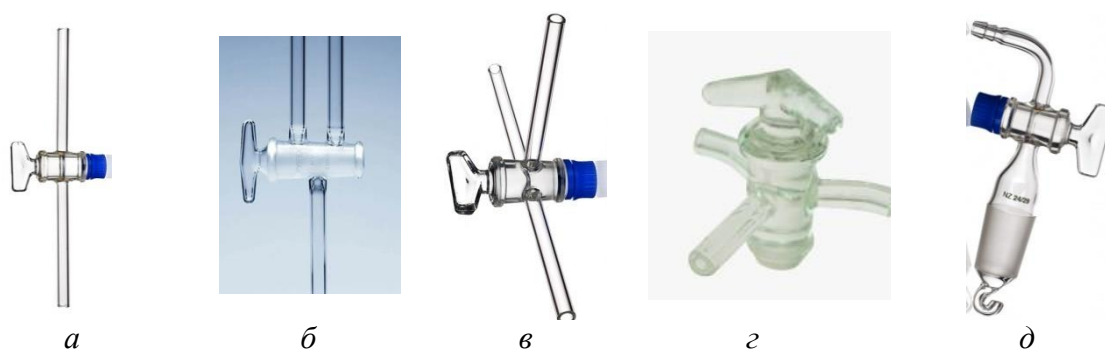


Рис. 4.17. Запірні крани: *a* – одноходовий; *б* – двоходовий; *в* – триходовий Т-подібний; *г* – триходовий Y-подібний; *д* – вакуумний.

*Затиски* застосовують для регулювання потоків газу і рідини по шлангах і для закріплення шліфів (рис. 4.18). Традиційними є *затиски Гофмана* та *Мора*. Затиск Гофмана зручний тим, що його можна надягти на шланг уже зібраного приладу, при цьому немає необхідності залишати вільним один з кінців шлангу. Для роботи із пружинним затиском Мору кінець шлангу необхідно залишати вільним. Цей затиск встановлюють на гумових шлангах бюреток, бутлів із чистою водою, коли в

експериментатора вільна тільки одна рука і просте стискання затиску дозволить одержати потрібний потік рідини.



а)



б)

Рис. 4.18. Пружинний затиск Мора а) та гвинтовий затиск Гофмана б).

*Затвори* – це пристосування, що відокремлюють за допомогою рідини одну частину об'єму від іншої, щоб уникнути їхнього небажаного контакту (рис. 4.19). Затвори виконують в основному запобіжні функції: у посудинах для визначення розчинності для введення в посудину мішалки без контакту вмісту посудини з навколишнім середовищем. Різновидом є *запобіжна лійка*, розташована на верхній кулі апарата Кіпа. У кулястій частині петлі такого затвора знаходиться вода, що затримує раптовий прорив газу із дрібними краплями кислоти. Газ, проходячи крізь воду, залишає в ній значну частку захопленої за собою кислоти. Аналогічну функцію виконує *затвор Геккеля*.

*Краплеуловлювач* – просте пристосування, що знижує винесення з газом, який проходить через рідину, або з парою киплячої рідини, дрібнодисперсної рідкої фази (рис. 4.19, в). *Насадку К'ельдаля* застосовують для простої перегонки рідин. Її вставляють нижнім кінцем у пробку, що закриває горло посудини з киплячою рідиною, а вигнутий кінець приєднують до холодильника.

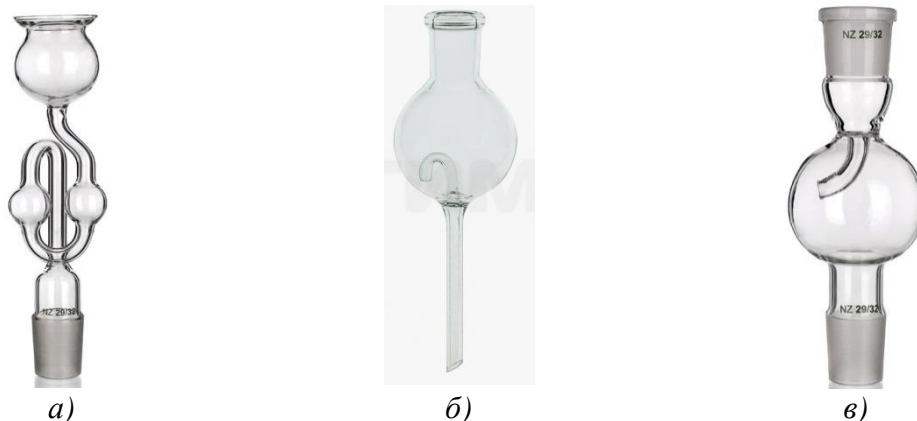


Рис. 4.19. Запобіжна лійка Кіпа а), затвор Геккеля б) та краплевловлювальна насадка К'ельдаля в).

Перехідні трубки та адаптери – це трубки на шліфах, призначені для з'єднання різного хімічного посуду для збирання лабораторної установки (рис. 4.20). Деякі перехідні трубки, наприклад, Вюрца, Кляйзена, використовуються для збирання дистиляційних установок.



Рис. 4.20. Адаптери та перехідні трубки: а – прямий перехід; б – перехід зворотний; в – адаптер із вигнутою трубкою; г – перехід кутовий 75° конус-конус; д – перегонна насадка з муфтою; е – насадка дистиляційна Кляйзена; ж – адаптер з двома горловинами; з – насадка Вюрца дистиляційна.

*Алонжи* – вигнуті скляні трубки, по яких конденсат попадає з холодильника в приймач (рис. 4.21). Простий алонж, як і всі інші, приєднують до кінця холодильника (*форштосу*) за допомогою муфти. Форштос повинен входити в алонж на 2–3 см. Якщо перегонку потрібно проводити під вакуумом з одним приймачем дистиляту, то застосовують алонж типу *г*. Бічний відросток такого алонжа приєднують до водострумного насоса або вакуумної системи, а на керн надягають приймач. Для фракційної перегонки використовують алонжи типу «павук» (рис. 4.21, д, е), які одягають або безпосередньо на форштос холодильника (тип д), або приєднують до вакуум-алонжа (е).



*Рис. 4.21.* Алонжи: *а* – алонж вигнутий; *б* – алонж прямиий з бічним відводом; *в* – алонж вигнутий з бічним відводом; *г* – алонж вигнутий з внутрішньою трубкою та бічним відводом (вакуум-алонж); *д, е* – алонж типу «павук».



#### 4.4. Очищення і сушіння хімічного посуду

Очищення хімічного посуду визначає якість досліджень, виконаних після його повторного використання. Найбільш ретельним повинно бути очищення посуду, який застосовується в операціях з особливо чистими речовинами. Поверхня скляних, порцелянових, металевих і полімерних матеріалів може містити жирові та смолисті забруднення, органічні і неорганічні сполуки та аерозольні частинки. Домішки можуть сорбуватись на поверхні або вимиватися зі стінок хімічного посуду.

На забруднення, що потрапляють у хімічний посуд з повітря, часто не звертають уваги, тому що вони візуально часто непомітні. Тим часом міське повітря містить від  $3 \cdot 10^{-6}$  до  $2 \cdot 10^{-5}$  г/см<sup>3</sup> пилу, до якого входять SiO<sub>2</sub> (до 60 %), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (до 40 %), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (до 16 %), CaCO<sub>3</sub> (до 6 %), MgCO<sub>3</sub> (до 0,8 %), Pb (до 0,05 %), сполуки купруму, натрію, хлориди, сульфати та інші домішки. Зокрема, встановлено, що в 6 М розчині HCl, залишеному на 8 діб у відкритій склянці, з'являється до  $5 \cdot 10^{-6}$  г плюмбуму. Особливо багато в повітрі хімічних лабораторій домішок гідрогенхлориду, аміаку та амонію хлориду.

Грубі механічні забруднення видаляють із хімічного посуду за допомогою різних волосяних щіток і йоржів із застосуванням гарячого розчину мила або прального порошку (**застосування металевих щіток і йоржів не допускається!**). Грубі забруднення зі скляних і кварцових посудин не можна видаляти за допомогою піску, активованого вугілля, силікагелю та інших твердих часток, оскільки вони можуть залишити на поверхні подряпини, часто майже непомітні, але які призводять до руйнування скла. Якщо волосяним йоржем не вдається проникнути до місця забруднення, у мильний розчин варто накидати обрізки

фільтрувального паперу або шматочки тканих матеріалів, а потім багаторазово струснути очищений посуд.

Після видалення грубих забруднень органічним розчинником знімають жирові плями, що залишилися. Цього можна досягти обробкою посуду "гострою" парою протягом від 30 хв до 60 хв. Парова обробка дозволяє видалити з поверхні плями воску, парафіну, різних продуктів переробки нафти. Одночасно відбувається вилугування скла, видалення з нього полісилікатів лужних металів з одночасним їхнім гідролізом і утворенням на поверхні скла своєрідної захисної плівки з силіцію (IV) оксиду.

Після цих операцій для подальшого очищення використовують спеціальні миючі суміші [3], [11], [21], [25].

*Хромова суміш* складається з калію або натрію дихромату і концентрованої сульфатної кислоти (5–9 г  $K_2Cr_2O_7$  або  $Na_2Cr_2O_7$  на 100 см<sup>3</sup> концентрованої 98 %-ної  $H_2SO_4$ ). Ця суміш у результаті реакції



містить деяку кількість хрому (IV) оксиду – більш сильного окисника, ніж дихромат калію і концентрована сульфатна кислота. Суміш руйнує більшість органічних речовин, окиснюючи їх до  $CO_2$ , і перетворює неорганічні забруднювачі у добре розчинні у воді гідросульфати і гідрохромати.

Обробку посуду проводять у витяжній шафі, тому що суміш виділяє отруйний і леткий оксид  $CrO_3$ . Суміш стає непридатною, як тільки вона набуває зеленого забарвлення в результаті відновлення  $Cr^{6+}$  в  $Cr^{3+}$ . Зберігають суміш у товстостінній порцеляновій склянці, закритій товстою скляною пластинкою. Хромова суміш непридатна для очищення скляних

пористих фільтрів та інших пористих мас через сильну адсорбцію хромат-іонів порами (фільтри набувають зеленого забарвлення). Іони хрому не вилучаються з пор навіть після багаторазового кип'ятіння скляних фільтрів у чистій воді.

*Перманганатна суміш* складається з 3–4 %-ного водного розчину калію перманганату, що містить 1–5 см<sup>3</sup> концентрованої (98 %-ної) H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> на 100 см<sup>3</sup> розчину. Якщо після обробки такою сумішшю на стінках посуду з'являється бурий наліт MnO<sub>2</sub>, то його видаляють, обполіскуючи посудину концентрованою хлоридною кислотою, водним розчином H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> або 5 %-ним водним розчином гідросульфїту натрію NaHSO<sub>3</sub>. Після обробки посуду одним з перерахованих реагентів його ретельно обполіскують чистою водою. Перманганатну суміш також не рекомендують для очищення скляних і кварцових посудин. Ознакою відпрацьованості суміші є зникнення її фіолетового забарвлення.

*Суміш Комаровського* складається з рівних об'ємів 5–6 %-ного водного розчину гідроген пероксиду і 15 %-ного розчину хлоридної кислоти. Її застосовують для видалення поверхневих забруднень зі скла, кварцу та полімерних матеріалів. Ця суміш залишає поверхню більше чистою, чим хромова або перманганатна. Перед використанням суміш Комаровського підігрівають до майже 40 °С, а після ополіскування посудин чистою водою перевіряють на відсутність у воді іонів Cl<sup>-</sup> (проба з AgNO<sub>3</sub>). Суміш є одноразовою і не зберігається, на відміну від хромової.

Вимитий посуд висушують, вживаючи всі запобіжні заходи від забруднення його домішками повітряного середовища. Для цієї мети використовують прилади, обладнані пристроями для підігріву та знепилення повітря, що подається по поліпропіленових трубках, на які надягають вимитий посуд. Випускають і прості штативи-сушарки, виготовлені, як правило, з полімерних матеріалів. Такі сушарки

розташовують над раковинами або спеціальними піддонами для збору стікаючої води.

Для сушіння посуду використовують і звичайну сушильну шафу. Вимитий посуд сушать у ньому за температури від 80 °С до 105 °С, розташовуючи його на емальованих піддонах або в кюветах з поліпропілену. Висушений посуд для охолодження залишають на якийсь час у вимкненій сушильній шафі, а потім переносять у спеціальний бокс для зберігання або у великий ексікатор, вільний від осушувача.

Допускається сушіння відмитого посуду ополіскуванням спочатку чистим етанолом, а потім діетиловим ефіром або ацетоном. Спирт видаляє воду з поверхні, а ефір або ацетон змивають плівку спирту і легко випаровуються зі стінок посудини.

**Методом контролю чистоти** відмитої скляної та кварцової поверхні є спостереження за поведінкою на ній водяної плівки. Якщо поверхня вільна від домішок гідрофобних речовин (малорозчинні, не взаємодіючі з водою речовини), то водяна плівка розподіляється тонким рівномірним шаром, змочуючи всю поверхню посудини без розривів у водяній плівці. Забруднена поверхня змочується водою нерівномірно, окремими ділянками. Мінімальна кількість виявлених цим візуальним методом забруднень становить до  $1 \cdot 10^{-5}$  г/см<sup>2</sup>. Більш чутливим є *метод розпилення чистої води* на відмиту поверхню за допомогою пульверизаторів. За відсутності гідрофобних забруднень дрібні крапельки води будуть змочувати поверхню і покривати її суцільною водяною плівкою. У місцях же забруднень буде спостерігатися скупчення крапель. Метод дозволяє виявити до  $2 \cdot 10^{-8}$  г/см<sup>2</sup> гідрофобної речовини [25].

## Завдання для самоконтролю до розділу 4

1. Опишіть найбільш характерні види лабораторного посуду загального призначення.
2. Опишіть найбільш характерні види запірних елементів лабораторного посуду.
3. Опишіть найбільш характерні види з'єднувальних елементів лабораторного посуду.
4. Опишіть найбільш характерні види перехідних елементів лабораторного посуду.
5. Опишіть найбільш характерні види запобіжних склянок для очищення газів.
6. Опишіть очищення хімічного посуду за допомогою хромової суміші, наведіть її склад і правила роботи.
7. Опишіть очищення хімічного посуду за допомогою перманганатної суміші, наведіть її склад і правила роботи.
8. Опишіть очищення хімічного посуду за допомогою суміші Комаровського, наведіть її склад і правила роботи.
9. Методи контролю чистоти хімічного посуду.

## РОЗДІЛ 5. ТЕРЕЗИ І ЗВАЖУВАННЯ

Маса певної речовини – міра її інерційних і гравітаційних властивостей. У рамках застосовності нерелятивістської механіки маса речовини – її незмінна властивість. Поняття "маса" та "вага" нерівноцінні. Поняття маси як скалярної величини варто використовувати у всіх випадках, коли мається на увазі властивість речовини, що характеризує її інерційність і здатність створювати гравітаційне поле. Маса не залежить від прискорення вільного падіння  $g$ . Масу речовини визначають зважуванням на терезах.

Поняття "вага" використовують тільки як поняття сили, що виникає в результаті взаємодії речовини із гравітаційним полем. Вага пропорційна прискоренню вільного падіння, дорівнює  $mg$  і являє собою векторну величину. Як і будь-яка інша сила, вага виражається в ньютонах і визначається спеціальними силовимірвальними приладами.

Терези – прилади для визначення маси тіла. Масу тіла знаходять або створенням за допомогою гир (важків) врівноважуючої сили, що повертає рухливу частину терезів у вихідне положення рівноваги (переважно *механічні терези*), або визначаючи ступінь деформації чутливого елемента і порівнюючи її з величиною деформації, яку викликає маса еталону, яка може бути записана у цифрову пам'ять приладу (переважно *електронні терези*).

У лабораторній практиці одиницею маси  $m$  є грам (г) і його похідні – міліграм (мг) і мікрограм (мкг).

Лабораторні ваги традиційно ділять на *технохімічні* (більш грубі), *аналітичні* (мікроаналітичні, ультрамікроаналітичні – більш чутливі) і *спеціальні* (для особливих цілей).

Головна тенденція в розвитку техніки зважування – конструювання пристроїв, що дають інформацію про масу тіла у формі цифрових електричних сигналів із застосуванням електронної і мікропроцесорної техніки.

### **5.1. Основні параметри лабораторних терезів**

Лабораторні терези характеризуються рядом параметрів [35], головні з яких:

1. *Гранично припустиме навантаження* – максимальне навантаження терезів, за якого похибка зважування перебуває у встановлених межах. Не можна виходити за межі гранично припустимого навантаження, на яке розрахована дана модель терезів. Занадто велике навантаження (на порядок більше за граничне) може викликати залишкові деформації в коромислі, що приведе до псування терезів.

2. *Припустима похибка показань* – гранична різниця між дійсним значенням маси зважуваного вантажу і показаннями терезів. Значення похибки характеризує правильність результатів зважування в стандартних умовах і не може бути менше невиключених похибок гирь, застосовуваних для зважування і атестації терезів.

3. *Припустима варіація (мінливість) показань* – гранично припустима різниця показань терезів в результаті кількаразового зважування того самого вантажу за стандартних умов із застосуванням тих самих гирь. Значення варіації характеризує відтворюваність результату зважування і, значною мірою, точність зважування.

4. *Чутливість терезів (границя чутливості)* – мінімальне навантаження, в результаті одноразового зважування якого відносна похибка зважування не повинна перевищувати граничного значення. Визначається як кількість поділок шкали, на які відхиляється стрілка терезів, або показання електронних терезів, коли на одну з чаш терезів поміщено вантаж масою 1 мг.

5. *Ціна поділки або дискретність відліку* – різниця значень маси, що відповідають двом сусіднім поділкам шкали механічних терезів або послідовним значенням одного розряду електронних терезів.

## 5.2. Механічні терези

По способу створення врівноважуючої сили механічні терези підрозділяють *на механічні* гирьові (рівноплечі та нерівноплечі) і *квADRANTні* (маятниковий врівноважуючий пристрій), *пружинні* (торзійні, крутильні), *гідростатичні* та деякі інші [3], [21], [25]. Раніше найбільш були поширені прості аналітичні двочашкові рівноплечі терези із трьохпризменним коромислом і рейтером (*рейтер* - дротова гиря-"наїзник" з масою 1 мг або 5 мг), переміщуваним вручну уздовж шкали на коромислі, але в цей час вони виходять із вживання. Їх практично замінили аналітичні рівноплечі терези з демпфером, вейтографом та вбудованими гирями. Ці терези не тільки спрощують і прискорюють зважування, але й сприяють підвищенню його точності. Більше стали використовувати і одноплечі (одночашкові) двопрізменні терези.

Методи зважування діляться на дві принципово різні групи – метод порівняння з мірою та метод безпосереднього оцінювання. По методу порівняння з мірою масу вантажу приймають рівній масі порівнюваних з ним гирь (просте зважування) або обчислюють як суму значень маси гирь і



показань терезів (точне зважування). Метод безпосереднього оцінювання полягає у визначенні маси вантажу по відліковому пристрою терезів без застосування гирь. У більшості сучасних лабораторних терезів використовується диференціальний метод зважування, при якому більша частина вимірюваної маси тіла (понад 99 %) урівноважується гирями або противагою (нульовий метод), а мала різниця, що залишилася, між масою зважуваного тіла і масою гирь визначається по куту відхилення коромисла від вихідного положення рівноваги за допомогою відлікових шкал (безпосередній метод).

### 5.2.1. Технохімічні терези

Технохімічні терези застосовують для визначення відносно великих мас (від 100 г до 1 кг) з точністю від 0,05 г до 0,5 г. По конструкції технохімічні терези бувають рівноплечими трьохпризменними і двопрізменними одночашковими.

Рівноплечі коромислові терези (рис. 5.1) характеризуються однаковою відстанню від центрів вантажопідйомних призм до точки опори центральної призми (опорної призми). Для зменшення маси коромисла терезів роблять із дюралюмінію, сплавів на основі титану великої міцності і з малим коефіцієнтом термічного розширення. У двоплечих терезів осями обертання і точками прикладення мас служать три призми, які повинні бути розташовані паралельно і в одній площині (рис. 5.2).

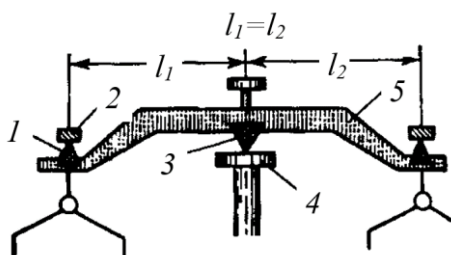


Рис. 5.1. Будова рівноплечого коромисла:

- 1 – вантажоприймальна призма;
- 2 – вантажоприймальна подушка;
- 3 – опорна призма; 4 – опорна подушка;
- 5 – коромисло.

Як матеріал призм і подушок для них найчастіше застосовують агат – малогігроскопічний і хімічно стійкий у повітряному середовищі мінерал. Використовують також корунд – плавлений оксид алюмінію  $Al_2O_3$  у технохімічних вагах з навантаженням більше 200 г. Леза призм, робочу площину подушок після шліфування піддають ще й алмазному поліруванню. За рівності мас зважуваної речовини і гирь стрілка коромисла вказує на центр шкали терезів – *нульове положення*. Перед зважуванням терези встановлюють у строго горизонтальному положенні або за допомогою виску, або за рідинним рівнем. Потім обертанням ручки *аретиру* опускають центральну призму коромисла на опорну подушку, одночасно опускаються і упори чашок. Із цього моменту всі три призми торкаються своїх подушок і починаються коливання коромисла біля положення рівноваги: стрілка за 2–3 с починає відхилятися вправо і вліво від нуля на одне й теж число поділок з точністю  $\pm 2$  поділки. Якщо цього не відбувається, то за допомогою балансувальних гайок домагаються рівноваги правого і лівого плечей коромисла.

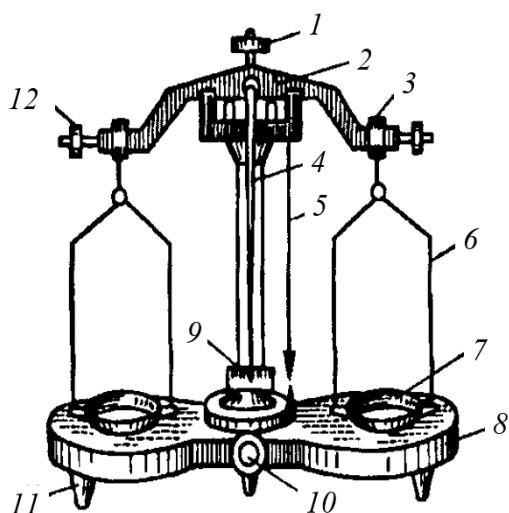


Рис. 5.2. Технохімічні терези типу Т-200: 1 – гвинт регулювання чутливості; 2 – коромисло; 3 – серезка; 4 – стрілка; 5 – висок; 6 – стремена; 7 – чаші; 8 – основа; 9 – шкала; 10 – ручка аретиру; 11 – ніжки; 12 – балансувальні гайки.

Терези, придатні до роботи, насамперед не повинні змінювати положення свого нуля після багаторазового навантаження і розвантаження чашок. Перед кожним поміщенням зважуваної речовини або гирьок на чашки терезів необхідно аретиром привести терези в неробоче положення, коли між ребрами призми і їхніх подушок з'являються просвіти в 0,1–0,2 мм. Прийнято вантаж поміщати на ліву чашку терезів, а гирьки з набору різноваг (набір грамових і міліграмових гирь) – на праву.

Граміві гирі виготовляють із різних немагнітних сплавів з багат шаровим хромовим покриттям. Кожна гирька має похибки, зазначені в паспорті різноваг, і які для точної роботи необхідно враховувати. Міліграмові гирі виготовляють з алюмінієвих сплавів і зберігають у футлярі, закритими склом. Брати гирі руками суворо заборонено, оскільки на пальцях завжди містяться залишки жиру, води, реактивів, що призводить до руйнування гирь і зміни їх маси. Захоплення гирь проводять за допомогою пінцета, який має входити до набору різноваг.

З метою захисту механізму терезів від впливу навколишнього середовища в деяких моделях від поміщений в скляну вітрину (рис. 5.3). Такі терези мають пристрій для механічного накладання міліграмових гирьок (загальною масою від 0,01 г до 0,99 г), що мають форму дротяних кілець, які накладають і знімають обертанням лімба, який прикріплений в правій частині вітрини (рис. 5.4). Лімба має цифри (міліграми) і показник маси покладених гирь. Лімба потрібно повертати за закритого аретиру до суміщення цифр лімба з показником.

*Двопризменні, або одночашкові* терези, які називають ще квадрантними від лат. *quadrans* – четверта частина, що означає переміщення вантажного плеча у секторі із центральним кутом 90°, являють собою несиметричний важіль (рис. 5.5). В традиційній конструкції коромисло, важіль і стрілка з'єднувались з опорною стійкою за допомогою

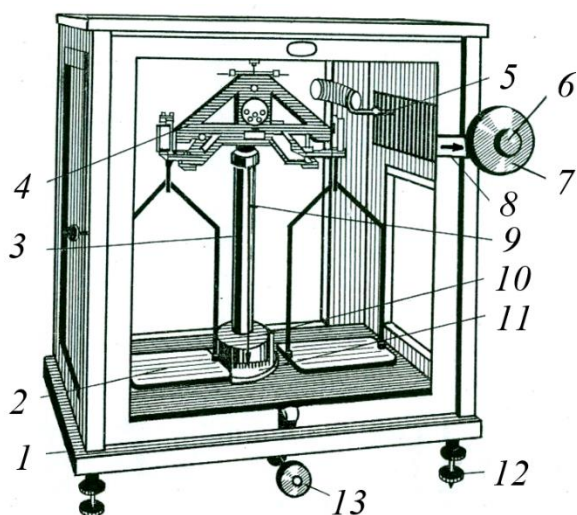


Рис. 5.3. Технохімічні терези типу ВЛТ-1: 1 – основа; 2 – чаші; 3 – колонка; 4 – сержки; 5 – важелі міліграмових гирь; 6 – малий лімб; 7 – великий лімб; 8 – покажчик; 9 – стрілка; 10 – основа колонки; 11 – шкала; 12 – регульовані ніжки; 13 – ручка аретиру.

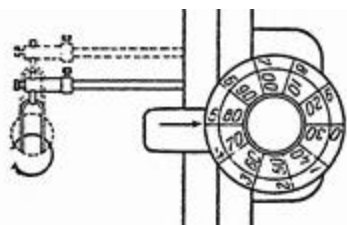
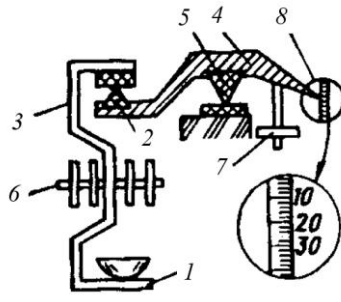


Рис. 5.4. Система важелів автоматичного навішування гирь (на планку терезів поміщено  $500 + 80 = 580$  мг).

осі, проте в сучасних типах квадрантних терезів опорна призма коромисла спирається на нерухому плоску подушку. Вантажоприймальна підвіска має рейку з навішеними вбудованими гирями. Зображення мікрошкали проектується на екран відлікового пристрою, що дає безпосередні значення маси зважуваних предметів. У вихідному положенні всі вбудовані гирі навантажені на підвіску, і важіль урівноважений противагою. Після поміщення на вантажоприймальну чашку вантажу знімають із рейки таке число гирь, щоб їхня сумарна маса приблизно відповідала масі вантажу. Різницю між масою вантажу і масою знятих гирь визначають за показниками відлікового пристрою. За максимальних навантажень 500 г і 100 г точність зважування становить відповідно 10 г та 5 мг.



*a*



*б*



*в*

Рис. 5.5. Двопризменні квадрантні терези традиційні (*a*) та типу ВЛКТ-2кг-М (*б, в*):  
 1 – чаша з вантажем; 2 – вантажоприймальна призма; 3 – шарнірна система;  
 4 – коромисло; 5 – опорна призма; 6 – вбудовані гири; 7 – противага; 8 – мікрошкала.

Квадрантні терези мають достатньо низьку точність, однак дозволяють визначати масу набагато швидше, ніж за допомогою технохімічних або аналітичних терезів.

### 5.2.2. Аналітичні терези

*Аналітичні терези* – найпоширеніший клас дво- і одноплечих коромислових терезів різних модифікацій з максимальним навантаженням до 200 г і чутливістю від 0,01 мг до 0,1 мг (рис. 5.6). Мікроаналітичні терези відрізняються від аналітичних тим, що в них граничне навантаження близько 20 г, а чутливість доведена до 0,001 мг. Під ультрамікротерезами розуміють всі терези, чутливість яких становить  $10^{-5}$ – $10^{-3}$  мг, а максимальне навантаження коливається від 1 г до 10 г.

В аналітичних терезах новітніх типів важки знаходяться біля коромисла (вбудовані гири) і навішуються на нього або механічним, або автоматичним пристосуванням для зважування речовини. У цьому випадку підбирання гирь стає набагато легше і простіше, усувається необхідність у ретельному центруванні на чашці гирь великої маси. Виключається також відкривання дверцят терезів, і тому усередині їх не створюються повітряні вихри, що порушують температурний режим зважування.

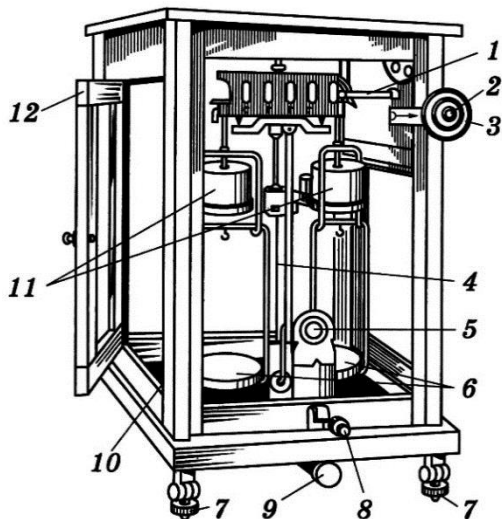


Рис. 5.6. Аналітичні терези типу АДВ-200г: 1 – система важелів; 2 – малий лімб; 3 – великий лімб; 4 – колонка; 5 – вейтограф; 6 – чаші; 7 – регульовані ніжки; 8 – ручка центрування екрану вейтографа; 9 – ручка аретиру; 10 – корпус; 11 – демпфери; 12 – дверцята.

Найбільш поширеним типом аналітичних терезів в лабораторії є рівноплечі трипризменні терези (рис. 5.7). Вони складаються з рівноплечого важеля – коромисла 5 з опорною призмою 4 та двома вантажоприймальними призмами 2. Опорна призма спирається на опорну подушку 3, що нерухомо закріплена в корпусі. До вантажоприймальних призм через вантажоприймальні подушки 1 підвішені симетричні підвіски 10, горизонтальні ділянки (чаші) яких слугують площадками для встановлення вантажу 9 та важків 6. До коромисла 5 прикріплена стрілка 7, яка обладнана мікрошкалою 8. Збільшене зображення мікрошкали за допомогою спеціальної проєкційної системи проєктується на екран відлікового пристрою – вейтографа (рис. 5.8), що дозволяє доводити точність відліку до 0,001 мм. Промінь світла від освітлювача 1, розташованого позад терезів, проходить крізь лінзи 2 і вікно в колонці коромисла і мікрошкалу 3, закріплену в нижній частині стрілки терезів. Потім промінь світла попадає в об'єктив 4, встановлений перед стрілкою, а після нього, відбившись від двох дзеркал 5, падає на матовий екран 6, на якому як відліковий знак нанесена риска. Дослідник бачить на екрані в

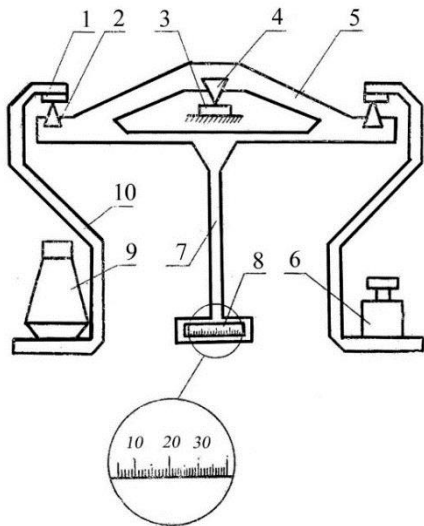


Рис. 5.7. Схема рівноплечих аналітичних терезів. Пояснення в тексті.

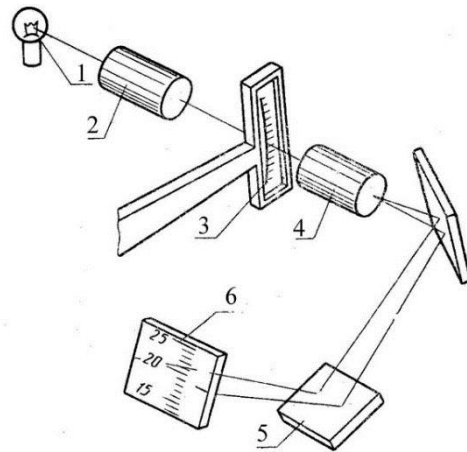


Рис. 5.8. Схема вейтографа аналітичних терезів. Пояснення в тексті.

збільшеному виді проекцію мікрошкали, поділки якої переміщуються відносно вертикальної (в деяких типах терезів – горизонтальної) риски.

В період, коли не проводиться зважування, терези мають бути аретовані. *Аретир* (нім. *Arretier(ung)*, *франц. arrêter* – фіксувати, зупиняти) – пристосування для встановлення і закріплення коромисла терезів у неробочому положенні, щоб запобігти швидкому зношенню ребер призми. Інша назва цього пристосування – *ізолір*. В аретованих терезах жодна призма не торкається своїх опорних подушок. Відстань між ребром призми і площиною подушки становить в аретованих терезах від 0,1 мм до 0,3 мм. Такий невеликий зазор дозволяє зберігати постійними місця зіткнення призми із подушками і виключає сильні удари призми по вантажоприймальним подушкам через необережне опускання коромисла аретиром. В аретованих терезах чашки висять не на коромислі, а знаходяться у спокої на упорах.

Опускати аретир треба дуже повільно, щоб призми м'яко стикнулися з опорними подушками, а не вдарилися об них. Тільки тоді, коли коромисло терезів почне погойдуватися і зсуне кінець стрілки, можна трохи прискорити рух аретира і опустити його до кінця. Поки терези не

аретовані, нічого не можна поміщати на чашки, знімати з них що-небудь або взагалі торкатись терезів, відкривати або закривати бічні дверцята (піднімати передню).

Для зменшення числа коливань коромисла біля положення рівноваги, а отже, і переміщення стрілки зі шкалою або уздовж шкали, застосовують заспокоювачі коливань – демпфери (рис. 5.9). Демпфер (нім. Dämpfer – глушитель) може мати різну будову. Найбільшого поширення набули демпфер Кюрі і пластинчастий демпфер. Через нахилення коромисла терезів верхній стакан демпфера Кюрі стискає в нижньому нерухомому стакані повітря і змушує його виходити довгим звивистим шляхом назовні. Робота виходу повітря відбувається за рахунок енергії коливань коромисла, що і приводить до швидкого гальмування коливань.

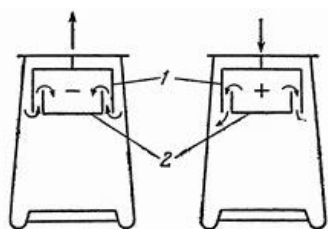


Рис. 5.9. Демпфери: 1 – рухомі циліндри; 2 – нерухомі циліндри. Стрілки вказують напрям руху повітря.

У пластинчастому демпфері роль верхнього стакану виконує плоский диск-поршень, жорстко скріплений з кінцем коромисла терезів. Диск пересувається в стакані з невеликим радіальним зазором. Такий демпфер застосовують переважно у двоприменних терезах.

Чутливість терезів залежить від відстані між центром ваги коромисла і лінією опори ребра опорної призми. Щоб терези стали більш чутливі, тобто щоб менший вантаж відхилив стрілку на більший кут, треба зменшити значення цієї відстані. Для цього на аналітичних терезах підгвинчують гайку нагору по гвинту, встановленому вертикально над коромислом, або переміщують спеціальну муфточку на стрілці терезів.



Зайве збільшення чутливості терезів не рекомендується, тому що при цьому сильно зростає період коливань стрілки, а виходить, і час, необхідний на зважування. Тому встановлюють центр ваги на такій висоті, щоб вантаж 1 мг викликав відхилення стрілки не більше ніж на 3–4 поділки шкали.

Точне зважування застосовують тільки там, де воно доцільно, і тільки тоді, коли дослідник упевнений, що зважує предмет, який має постійну масу, визначену в частках міліграма. Це трапляється не так часто, як звичайно думають, оскільки скляний, порцеляновий і полімерний посуд може змінювати свою масу на цілі міліграми через адсорбцію на поверхні атмосферної вологи і газів. Така ж адсорбція можлива і на поверхні зважуваних речовин.

### **5.2.3. Похибки зважування і їхнє усунення**

Похибки зважування на аналітичних терезах з'являються від вібрації приміщення (вагової кімнати), від коливання температури терезів і гирь, тиску і вологості у ваговій кімнаті, від неточних значень мас гирь, від нерівноплечості терезів, від зважування в повітрі, а не у вакуумі [21], [35].

*Похибки, викликані зміною маси речовини в процесі зважування* через поглинання або втрату вологи, випаровування летких речовин, поглинання з повітря домішок різних газів, усувають зважуванням у закритих посудинах (бюксах).

*Похибок через неточну масу гирь* уникають, враховуючи виправлення, зазначені у свідченнях фірм, що випускають гирі. Крім того, для зважування порожньої посудини, а потім цієї ж посудини з речовиною, варто користуватися тими самими гирями. Поміщати гирі на чашку терезів або навішувати їх на коромисло треба завжди в тому самому порядку.

Треба починати з гирі, приблизно рівної по масі зважуваному предмету, а потім уже користуватися гирями в порядку зменшення їхніх мас. Аретир при цьому опускають дуже обережно.

Абсолютно рівноплечих терезів не існує. У різноплечих терезів маса гирь не буде дорівнювати масі зважуваного предмета, навіть якщо терези перебувають у рівновазі. У цьому випадку до довгого плеча коромисла терезів прикладена менша маса, а до короткого – більша. Тому в процесі зважування завжди виникає похибка тим більша, чим більше нерівноплечість терезів. *Похибка від нерівноплечості* зростає через несиметричне нагрівання коромисла терезів (сонячне освітлення, близько розташована батарея опалення і т.п.).

Для виключення похибки від нерівноплечості застосовують або метод подвійного зважування (спосіб Гауса), або зважування по методу заміщення (спосіб Борда). Для *подвійного зважування* масу речовини знаходять, поміщаючи її спочатку на праву чашку ( $m_1$ ), а потім – на ліву ( $m_2$ ). Тоді дійсна маса речовини ( $m$ ) буде приблизно дорівнювати середньому арифметичному із двох зважувань:

$$m = 0,5 \cdot (m_1 + m_2).$$

Для *зважування по методу заміщення* навішування речовини з бюксом точно тарують (точно зважують) набором гирь. Потім бюкс із речовиною знімають із чашки терезів і заміняють іншим набором гирь доти, поки стрілка терезів не дасть те ж відхилення, що і на етапі тарування. Маса гирь, встановлена замість речовини з бюксом, буде дорівнювати масі речовини з бюксом навіть у тому випадку, якщо терези грубо нерівноплечі. Як тарування, так і зважування гирь замість речовини

з бюксом проводять шляхом спостереження коливань стрілки терезів відносно нульової відмітки.

*Похибка через зважування в повітрі* пов'язана з тим, що кожне тіло, занурене в газ, губить у своїй масі стільки, скільки маси має витиснутий тілом газ. Отже, всі предмети в повітрі мають меншу масу, ніж у вакуумі. Звичайне зважування в повітрі приводило б до правильного результату, якби гирі втрачали у своїй масі стільки ж, скільки втрачає зважуваний предмет. Однак гирі мають іншу густину, ніж зважуваний предмет, і витісняють іншу кількість повітря. Крім того, густина повітря змінюється з атмосферним тиском, і тому похибка від зважування в повітрі буде ще залежати і від атмосферного тиску.

Виправлення на зважування в повітрі враховують тільки для дуже точних зважувань, якщо відомі густина металу, з якого виготовлені гирі, і густина зважуваної речовини та бюкса, а також атмосферний тиск у момент зважування.

#### **5.2.4. Гідростатичні терези**

Терези з однією призмою і коромислом, що має на одному плечі поплавець у рідкому середовищі, а на іншому противагу, одержали назву *гідростатичних*, або *терезів Мора-Вестфаля* (рис. 5.10). Їх застосовують в основному для визначення густини рідких і твердих речовин.

Функції гідростатичних терезів можуть виконати технохімічні і аналітичні терези, якщо до одного плеча коромисла або чашки прикріпити поплавець. У першому варіанті зважування проводять, не знімаючи чашки, а підставивши під склянку легкий столик (рис. 5.11). Можна забрати з коромисла чашку і склянку з рідиною і поплавцем установити на підставу терезів, якщо доводиться часто проводити гідростатичне зважування. У

другому варіанті необхідно проробити отвір в підставці терезів і дощі лабораторного стола, через які пропустити підвіску поплавця, закріпивши її за тримач чашки.

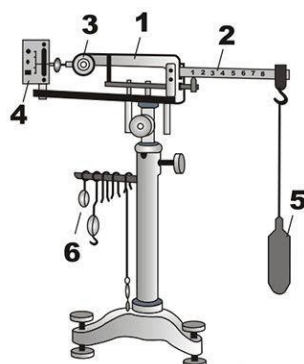


Рис. 5.10. Гідростатичні терези Мора Вестфаля типу ВГ-2: 1 – коромисло; 2 – шкала з поперечними надрізами; 3 – противага; 4 – шкала показника рівня; 5 – скляний поплавець; 6 – гири.

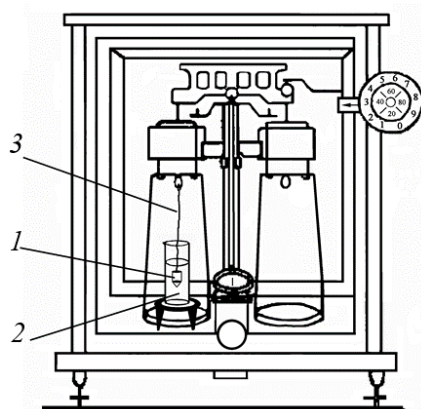


Рис. 5.11. Гідростатичне зважування на аналітичних терезах: 1 – поплавець; 2 – досліджувана рідина; 3 – дріт.

### 5.2.5. Газові терези

Газові терези є аналогами гідростатичних терезів. Основне їхнє застосування – визначення густини газів. У терезах Штока (рис. 5.12) коромисло 4 виготовлене, як і всі інші частини, із кварцу. Коромисло підвішене на припаяній до нього кварцовій нитці 7. Тонка кварцова нитка

краще всіх інших матеріалів здатна подовжуватися. Зокрема, нитка діаметром близько 0,01 мм не обривається за закручування на 20 повних обертів на 1 см довжини. Інша властивість тонкої кварцової нитки – суворо лінійна залежність протидіючого моменту від кута закручування.

Маса тонкостінного кварцового поплавця 8, наповненого повітрям, урівноважена масою противаги 3 – кварцової тонкостінної кульки з отвором. Загальна поверхня противаги (зовнішня і внутрішня) дорівнює поверхні поплавця для зменшення впливу адсорбції газів. Об'єм поплавця становить близько 3 см<sup>3</sup>, а в противазі 3 пророблений отвір для зменшення плавучості. Рівноважне положення коромисла визначають за допомогою мікроскопа по переміщенню вістря, яким кінчається противага 3, відносно покажчика 2.

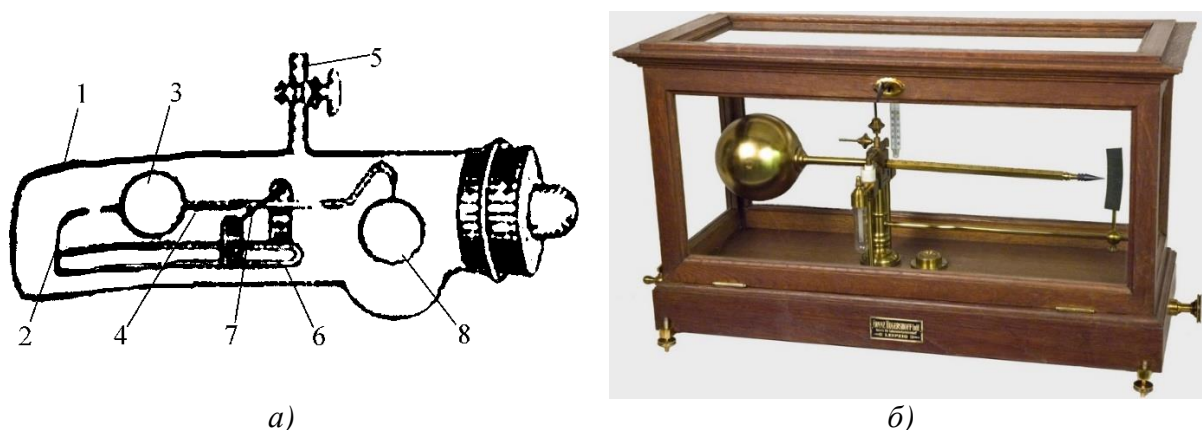


Рис. 5.12. Газові терези Штока а) та Люкса б). Пояснення в тексті.

Перед визначенням густини газів терези калібрують по газу, для якого відома зміна густини зі зміною тиску. Газ, густину якого треба визначити, ретельно висушують і звільняють від домішок, після чого обережно впускають у терези Штока через трубку 5, попередньо видаливши повітря. У момент рівноваги, коли голка кулі 3 встановлюється проти покажчика 2, фіксують тиск газу. Потім за графіком знаходять густину газу. Чутливість газових терезів мало залежить від тиску газу, але

температура терезів під час дослідів повинна підтримуватися сталою, щоб уникнути руху газу.

### 5.2.6. Торзійні терези

Торзійні терези (від франц. *torsion* – скручування) являють собою пристрій, здатний врівноважувати масу речовини пружним натягом пружини терезів. При цьому в основному мається на увазі деформація крутіння пружини. Торзійні терези застосовують для швидкого визначення невеликих мас – від 0,01 мг до 500 мг. Перевагою торзійних терезів є простота конструкції і швидкість зважування, однак точність їх не перевищує 0,1 % від максимального навантаження. Кут закручування пружини пропорційний масі зважуваної речовини, і тому шкала терезів проградуєвана в одиницях маси.

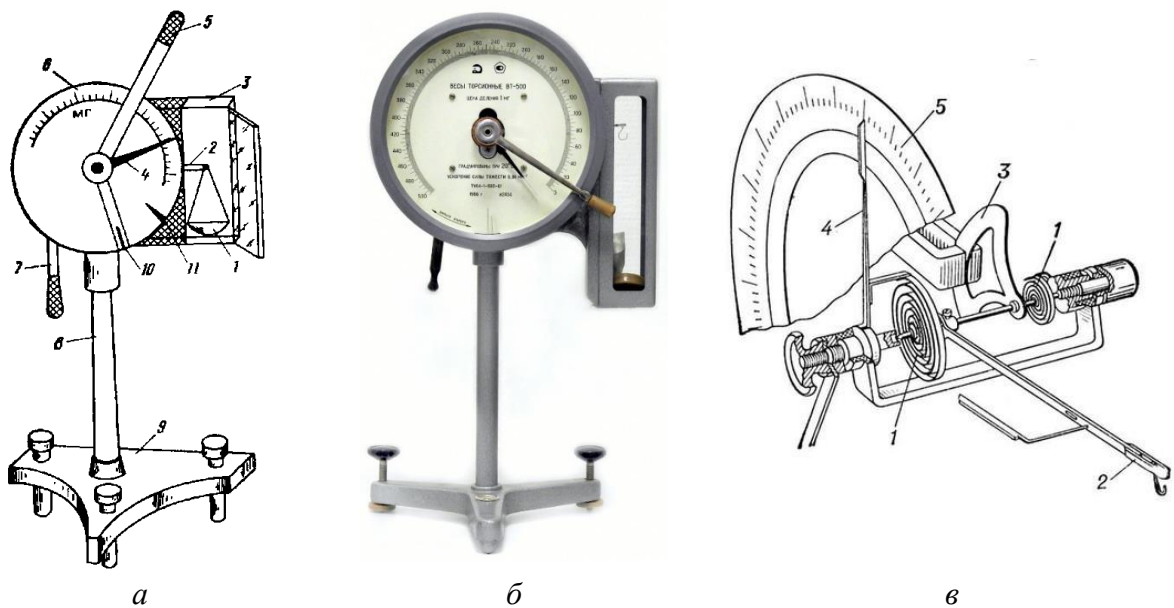


Рис. 5.13. Торзійні терези типу ВТ-500 (а, б) та механізм терезів (в):  
 а: 1 – чаша; 2 – кінець коромисла; 3 – кожух; 4 – стрілка; 5 – ручка натягу;  
 б – шкала; 7 – ручка аретиру; 8 – стійка; 9 – основа; 10 – показчик рівноваги;  
 11 – риска рівноваги.  
 в: 1 – спіральні пружини; 2 – коромисло; 3 – магнітний заспокоювач; 4 – стрілка;  
 5 – шкала.

Зважування необхідно проводити за температури  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ , тому що за іншої температури похибка показання терезів збільшується.

### 5.3. Терези з електронною природою відгуку

Електронні вироби, в конструкції яких реалізовано надання отриманих значень маси тіла в цифровому вигляді, відрізняються високим рівнем автоматизації всіх процесів вимірювання та значним розширенням їх функціональних можливостей. Це досягається наявністю вбудованого мікропроцесора, здійснює обробку інформації, що надходить. Дія електронних терезів заснована на визначенні сили, що виникає під дією навантаження на важіль. Ця сила впливає на первинний датчик, який являє собою пружний елемент, і на механічно пов'язаний з ним перетворювач деформації в електричний сигнал. На даний час в ваговій техніці переважно використовуються наступні типи перетворювачів:

- віброчастотні;
- тензиметричні;
- магнітоелектричні.

В терезах з віброчастотним перетворювачем чутливим елементом є металева струна або кварцовий кристал, в яких під дією навантаження відбувається зміна частоти акустичних коливань (рис. 5.14). Терези характеризуються високою точністю визначення маси, проте вартість виготовлення чутливих елементів досить висока, до того ж вони вимагають компенсації зміни температури та вологості навколишнього середовища.

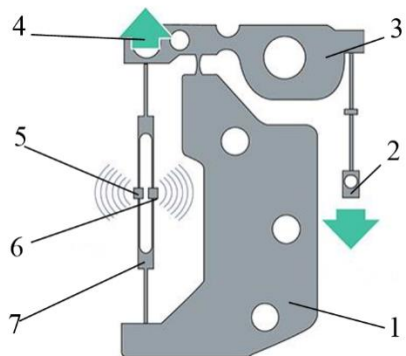


Рис. 5.14. Схема віброчастотного перетворювача:  
 1 – основа; 2 – точка прикладання навантаження;  
 3 – важіль; 4 – точка прикладення розтягуючих зусиль;  
 5 – генератор акустичних коливань;  
 6 – приймач акустичних коливань; 7 – чутливий елемент.

Тензометричний перетворювач містить пружний елемент, деформація якого призводить до зміни опору (рис. 5.15). Власне перетворювач являє собою високочутливу спіраль зі спеціального сплаву, яка своєрідно приклеюється до пружного елемента. Такі пристрої, незважаючи на порівняно невисоку точність, витримують значне перевантаження і низьку вартість, тому вони використовуються надзвичайно широко – від кухонних терезів до терезів для зважування залізничних вагонів.

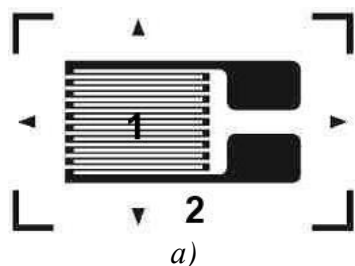


Рис. 5.15. Схема тензорезистора а) та пружний елемент б) тензиметричних терезів:  
 1 – дротяна деформуюча решітка; 2 – недеформуюча основа.

Терези з магнітоелектричним перетворювачем використовують компенсацію навантаження електромагнітною силою шляхом зміни сили струму, що протікає через котушку магніту, і по суті є електромеханічними терезами. Але даний тип датчика дозволяє досягти дуже високої точності зважування, тому застосовується в прецизійній аналітичних терезах.





Рис. 5.16. Електронні аналітичні терези різних типів.

## 5.4. Вагова кімната

Терези – чутливий прилад, що має легко рухливі механічні частини. Тому на них не повинні діяти вібрація, поштовхи і струси, різкі коливання температури, тиску і вологості. Щоб уникнути похибки під час зважування від подібного роду перешкод, аналітичні терези встановлюють у спеціальній ваговій кімнаті, ізольованій від інших лабораторних приміщень. Кімната повинна бути розташована на першому поверсі будинку для зменшення вібрації. Якщо таке розташування вагової кімнати з будь-яких причин неможливо, то її місцезнаходження варто вибрати не вище 3-го поверху будинку, повністю вільного від установок, що створюють вібрацію.

У ваговій кімнаті необхідно підтримувати суворо контрольовані сталі температуру й вологість, у ній не повинно бути повітряних потоків, а для зменшення запиленості підлогу рекомендують вкривати плиткою або ламінатом, які легко протирати. Провітрюють вагову кімнату тоді, коли в ній не проводять зважування.

Терези необхідно встановлювати суворо горизонтально (за рівнем) на масивних або консольних столах, що поглинають дрібні поштовхи. Консольні столи кріплять тільки до капітальних стін. Для збільшення маси стола під терези кладуть дві-три чавунні плити з масою кожної не менш

50 кг. Між плитами розташовують гумові прокладки. На верхніх поверхах терези встановлюють тільки на спеціальних масивних столах з амортизуючою підвіскою кришки.

На стіл з терезами не можна ставити ексікатор та інші предмети. Для них краще мати пересувний столик. Перед зважуванням ексікатор з бюксами повинен від 20 хв до 30 хв перебувати у ваговій кімнаті, щоб температура посудин з речовиною, що містяться в ньому, і температура терезів мало розрізнялися.

### **Завдання для самоконтролю до розділу 5**

1. Дайте визначення поняттям "вага" і "маса".
2. Наведіть класифікація терезів і методів зважування.
3. Основні параметри лабораторних терезів.
4. Вагова кімната та вимоги до неї.
5. Обґрунтуйте похибки зважування та запропонуйте методи їх усунення.
6. Опишіть будову та призначення технохімічних терезів.
7. Опишіть будову та призначення аналітичних терезів.
8. Опишіть будову та призначення квадрантних терезів.
9. Опишіть будову та призначення гідростатичних терезів.
10. Опишіть будову та призначення газових терезів.
11. Опишіть будову та призначення торзійних терезів.
12. Опишіть засоби зважування з електричною природою сигналу.

## РОЗДІЛ 6.

### ВИЗНАЧЕННЯ ОБ'ЄМУ ТА ГУСТИНИ РЕЧОВИНИ

Одиниця об'єму речовини – кубічний метр ( $1 \text{ м}^3$ ). Літр – це позасистемна одиниця вимірювання об'єму, яка дорівнює кубічному дециметру, і яка дозволена до використання в усіх галузях на рівні з іншими одиницями ( $1 \text{ л} = 1 \text{ дм}^3 = 0,001 \text{ м}^3$ ).

#### 6.1. Мірний лабораторний посуд

Вимірювання об'єму рідин виконують за допомогою мірних посудин з мітками, що вказують на їх місткість. До мірного посуду відносять бюретки, мірні колби, піпетки, мірні циліндри, мензурки та градуйовані пробірки [33].

На кожній посудині повинні бути такі написи:

- а) число, яке вказує номінальну ємність (за винятком виробів з лініями градування, де вказана ємність);
- б) символ « $\text{см}^3$ » або символ «мл», що показує одиницю об'єму, в яких градуйована посудина;
- в) напис « $20 \text{ }^\circ\text{C}$ », що показує температуру, за якої посудина відкалібрована;
- г) літери «In» або N, що показують, що посудина калібрована на наливання, або літери «Ex» або O, що показують, що посудина калібрована на відливання;
- д) цифра, що показує клас точності посудини;
- е) ім'я або знак виробника та / або продавця.

Бюретки, колби і піпетки, які використовуються для точних вимірювань, калібрують по зразковим мірам місткості 1 або 2 розряду зазвичай за температури 20 °С. У відповідності із цим бюретки, мірні колби і піпетки виготовляють 1 та 2 класів точності. Припустиме відхилення для бюреток і градуйованих піпеток 1 класу точності дорівнює половині ціни найменшої поділки шкали, а 2-го класу – ціни найменшої поділки шкали.

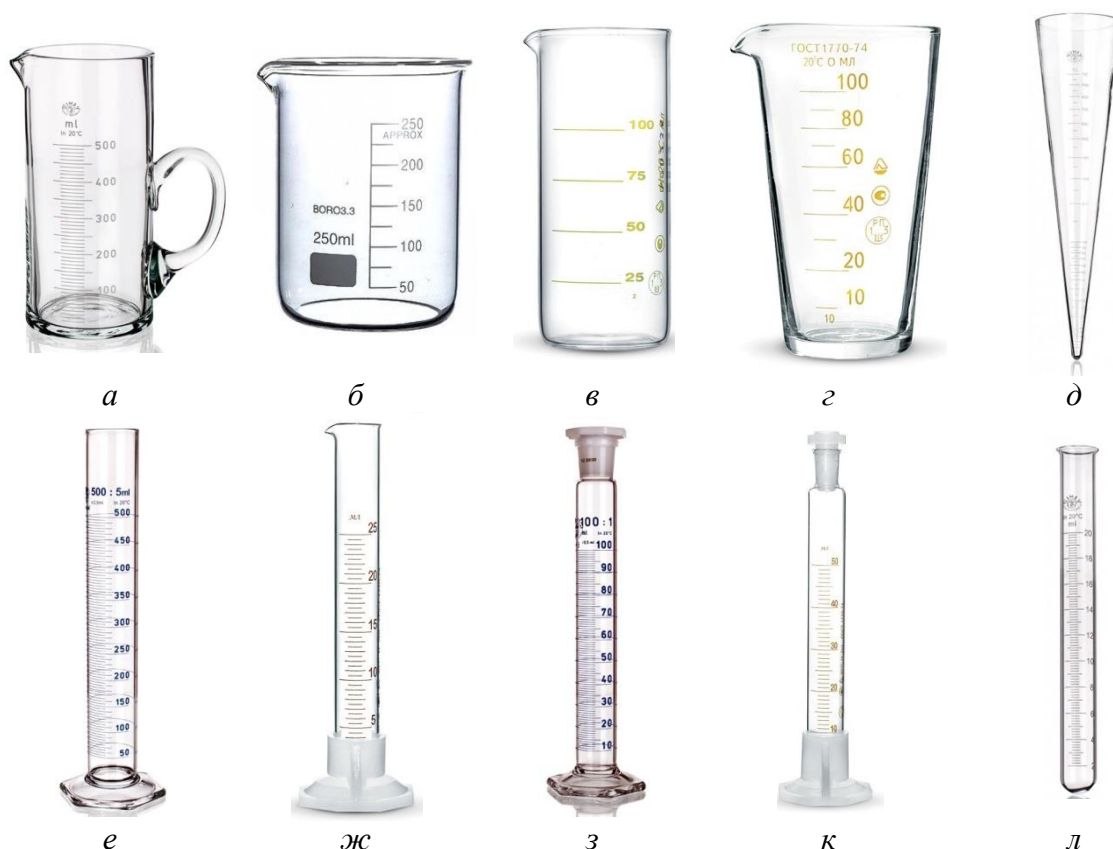
Зміна об'єму мірного посуду внаслідок стиснення чи розширення скла за зміни температури незначна, що робить можливою роботу з ним за температури, що відрізняється від 20 °С на декілька градусів, не вводячи виправлень.

Широкого застосування в лабораторній практиці здобули скляні та пластикові *мірні кружки* та *стакани* (рис. 6.1), які застосовують для дозування або приблизного визначення об'єму малолетких рідин. *Мензурки* (від лат. *mensura* – міра) – посудини конічної форми, у яких, як і у мірних циліндрів, на зовнішній поверхні нанесені поділки для вимірювання об'єму рідини в мілілітрах (рис. 6.1, г). Мензурки застосовують для вимірювання об'єму осадів, що утворюються в результаті відстоювання суспензій. Осад збирається в нижній частині мензурки. Їх використовують також для визначення об'ємів двох рідких фаз, що не змішуються, одна з яких, більшої густини, присутня у меншій кількості. Мензурки калібрують на відливання. В деяких випадках в лабораторії для дослідження процесів седиментації та визначення об'єму осаді застосовують конуси Імгофа (рис. 6.1, д).

*Мірні циліндри* – циліндричні посудини різної місткості з нанесеними на зовнішній стінці поділками, що вказують об'єм у мілілітрах (рис. 6.1, е, ж). Щоб відміряти необхідний об'єм рідини, її наливають у мірний циліндр доти, поки нижній меніск не досягне рівня потрібної

поділки. Мірні циліндри калібрують зазвичай на наливання. Циліндри виготовляють зі скла і прозорих поліетилену або поліпропілену. Скляні циліндри можуть мати пластмасову або скляну основу.

Об'єми летких кислот, органічних розчинників або рідких розчинів газів звичайно вимірюють за допомогою мірних циліндрів із притертою скляною пробкою, пробкою із фторопласту або поліетилену (рис. 6.1, з, к). Такі циліндри зручні і для оцінювання об'єму рідких гетерофазних систем. Похибка визначення об'єму рідин за допомогою мірних циліндрів знаходиться у межах від 0,1 % до 1 %. Для роботи з невеликими порціями рідини використовують мірні пробірки, які бувають як з прямою горловиною, так із притертою пробкою (рис. 6.1, л).



*Рис. 6.1.* Деякі види мірного посуду: *а* – мірна кружка; *б* – великий мірний стакан; *в* – малий мірний стакан; *г* – мензурка; *д* – конус Імгофа; *е* – мірний циліндр з скляною основою; *ж* – мірний циліндр з пластиковою основою; *з* – мірний циліндр з пробкою та скляною основою; *к* – мірний циліндр з пробкою та пластиковою основою; *л* – мірна пробірка.

*Мірні колби* (рис. 6.2) використовують для приготування розчинів певної концентрації. Вони мають вузьке горло з однієї або декількома мітками, що означають границю відмірюваного об'єму. Місткість мірних колб коливається від 5 мл до 2 л. На кожній колбі зазначена місткість (у мілілітрах) і температура, за якої проводилося її калібрування, звичайно це 20 °С. Мірні колби є посудинами, розрахованими на вливання, тобто об'єм рідини до мітки відповідає місткості колби. Змочування стінок і розтікання рідини по внутрішній поверхні колби не грають ніякої ролі. Мірні колби можуть мати пришліфовані скляні пробки, а також гумові, фторопластові або поліетиленові пробки.

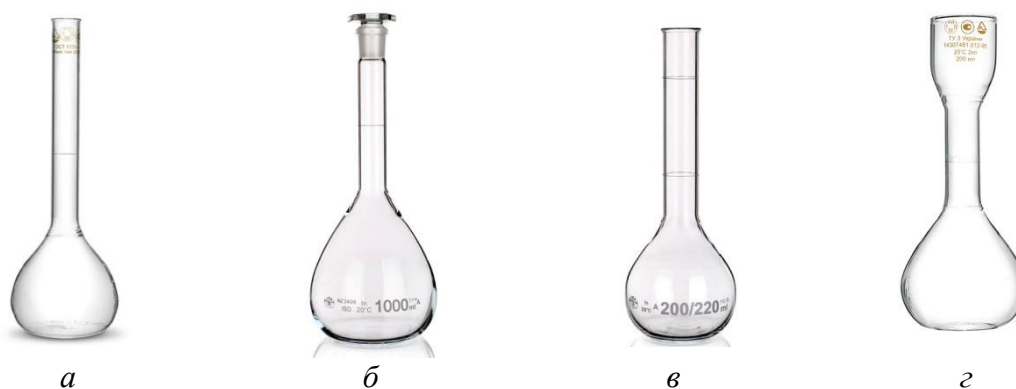


Рис. 6.2. Мірні колби: *a* – з одною міткою без пробки; *б* – з одною міткою з пробкою; *в* – з двома мітками; *г* – колба Кольрауша.

Для приготування розчинів твердих речовин суворо певної концентрації застосовують *мірні колби Штоманна* з двома кільцевими мітками на горлі та *Кольрауша* з розширеною верхньою частиною горла (рис. 6.2, в, г). У таку мірну колбу зручно насипати через лійку з короткою трубкою здрібнену в ступці тверду речовину.

*Пікнометри* (від грець. *ρυκνος* – густий) – посудини невеликого об'єму, застосовувані для визначення густини рідин і твердих речовин (рис. 6.3). Існує багато різновидів пікнометрів. Їхня форма визначається

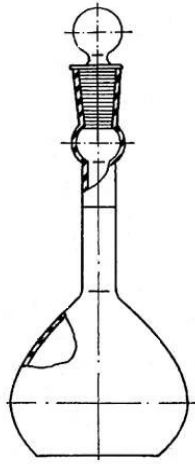


Рис. 6.3. Пікнометр.

природою досліджуваної речовини, зручністю і відтворюваністю заповнення і зважування, необхідною точністю вимірювання. Але навіть для найбільш точної роботи ( $\pm 5 \cdot 10^{-6}$  г/см<sup>3</sup>) не слід збільшувати об'єм кожного з пікнометрів понад 30 мл, якщо вважати похибку зважування 0,1 мг. Кращі за якістю пікнометри виготовлені зі скла марки "пірекс" або із кварцового скла, яке має низький коефіцієнт термічного розширення.

Звичайний *пикнометр* – це невелика мірна колба із протравленою навколо горла міткою, що визначає його місткість. Простір, розташований над міткою, може заповнювати рідина у випадку її розширення в процесі зважування. Такі пікнометри рекомендуються для визначення густини чистих однокомпонентних рідин. Нанесення по всій висоті горла міток, розташованих на рівній відстані одна від одної, робить пікнометр більш зручним для роботи.

*Піпетки* призначені для визначення об'єму рідини у вигляді цілої порції (об'єм піпетки від 0,1 мл до 200 мл) або її частини (рис. 6.4). Піпетку заповнюють за допомогою гумової груші, приєднавши її до верхнього кінця піпетки. Також заповнення піпеток проводять за допомогою різних пристосувань (рис. 6.5).

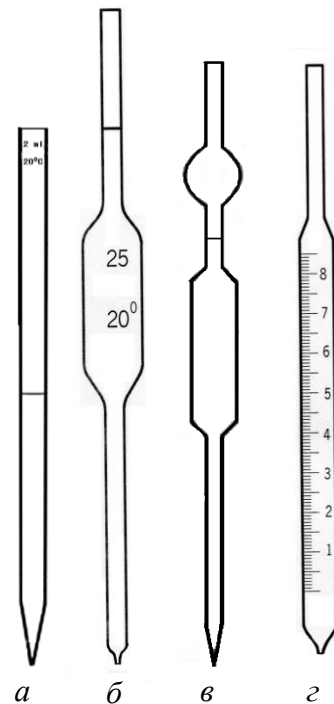


Рис. 6.4. Піпетки Мора (а, б), для дозування небезпечних рідин (в) та градуйовані (г).

***Засмоктувати рідину в піпетку ротом не рекомендується!*** Це небезпечно для здоров'я (рідина і її пара можуть потрапити в рот і легені) і, крім того, призводить до забруднення жиром і слиною внутрішніх стінок піпетки.



Рис. 6.5. Пристрої для заповнення піпеток: триходова груша а), поршневий дозатор б) та контролер "піпетатор" в).

Піпетки завжди відкалібровані на витікання, тобто зазначений на піпетці об'єм відповідає об'єму рідини, що витікає, коли піпетку наповнюють до відмітки на верхній трубці, а потім дають рідині самостійно витікати. В об'єм витікаючої рідини не входить рідина, яка залишається в носіку нижньої трубки, і рідина, яка змочує стінки піпетки. Нижній отвір піпетки не повинен бути широким, щоб швидкість витікання рідини не була великою, але і не занадто вузьким, щоб наприкінці витікання рідини в місці з'єднання нижньої трубки з балоном піпетки не утворилася крапля. Вважають, що тривалість вільного витікання води з піпеток місткістю 5 мл, 10 мл, 25 мл, 50 мл і 100 мл повинна бути рівною відповідно 15 с, 20 с, 25 с, 30 с та 40 с.

Піпетки поділяються на такі, що призначені на виливання всього об'єму рідини (піпетки Мора) (рис. 6.4, а, б), та для часткового зливу необхідного об'єму рідини відповідно до градування (рис. 6.4, г). Об'єм



отруйних рідин, кислот і сильних основ відмірюють піпетками із запобіжним розширенням у верхній трубці піпетки (рис. 6.4, в).

Піпетки звичайно калібрують по чистій воді, тому ними не можна відмірювати рідини, в'язкість яких помітно відрізняється від в'язкості воли. Об'єм відібраної рідини в цьому випадку не буде відповідати зазначеному на піпетці, тому для в'язких рідин піпетку треба перекалібрувати. Якщо деякі розчини залишають на стінках піпетки краплі навіть після ретельного знежирення скла, то рекомендують піпетки піддавати силіконуванню – покриттю внутрішніх стінок найтоншою силіконовою плівкою, що не змочується водою. Силіконовану піпетку калібрують по чистій воді за температури 20 °С. У силіконованих піпеток меніск рідини опуклий. Утворена в процесі силіконування гідрофобна плівка не змивається водою і не руйнується кислотами, її можна видалити лише кип'ятінням піпетки в 10 %-вому водному розчині КОН або NaOH.

Для додавання однакових порцій рідини може бути використана піпетка Кіппа, або насадка типу "шпак" (рис. 6.6, а). Регулярне внесення однакових порцій рідини вимагає високої точності (особливо в біохімічних лабораторіях), тому в таких випадках значного поширення набули автоматичні піпетки (рис. 6.6, б), які дозволяють встановити за допомогою коліщатка необхідний об'єм і одним натиском на шток зтягувати його до піпетки. Для зручності такі піпетки забезпечують набором одноразових поліпропіленових наконечників.

*Бюретка* – циліндрична скляна трубка з поділками, краном або затиском, проградуйована в мілілітрах (рис. 6.7). Бюретки застосовують для точного відмірювання невеликого об'єму і для титрування. Об'ємні бюретки із ціною поділки в 0,1 мл дозволяють вести відлік з точністю до 0,02 мл. Безкранові бюретки Мора мають у нижній частині гумову трубку з капіляром. Гумова трубка пережимається або затиском Мора, або

усередину її закладають скляну кульку чи паличку з кулястим потовщенням (рис. 6.5, а). Рідина з такої бюретки витікає через натискання пальцями на верхню частину кульки. Бюретки з гумовою трубкою застосовують для слабо лужних розчинів, що зазвичай заїдають притерті скляні крани. Недолік таких бюреток у тому, що гумова трубка на початку і наприкінці виливання розчину розтягується в різному ступені внаслідок різниці гідростатичних тисків і різного ступеня обтиснення кульки пальцями. Похибка буде менше, якщо використовувати порівняно товстостінний і короткий еластичний шматок гумової трубки, а затиск надягати на неї завжди на тому самому місці. При цьому необхідно також уникати розчинів, що окиснюють каучук, зокрема, розчинів йоду у водному розчині KI.



Рис. 6.6. Автоматичні дозатори: піпетка Кіппа а) та автоматична піпетка б).

Заповнюють бюретку розчином через лійку з коротким кінцем, що не доходить до нульової поділки. Потім розчин спускають так, щоб він заповнив усю частину бюретки нижче крана або затиску до нижнього кінця капіляра. Тільки після цього розчин в бюретці встановлюють на нульову поділку, при цьому в нижній частині бюретки не повинно залишатися бульбашок повітря.

В бюретці з автоматичним нулем нульової позначкою є верхній зріз відростку на градуйованій шкалою (рис. 6.7, в). За подачі розчину нижньою бічною трубкою він піднімається до нульової позначки, а надлишок стікає верхньою бічною трубкою. Після припинення подачі розчину його рівень автоматично встановлюється на верхньому зрізі нульової позначки.

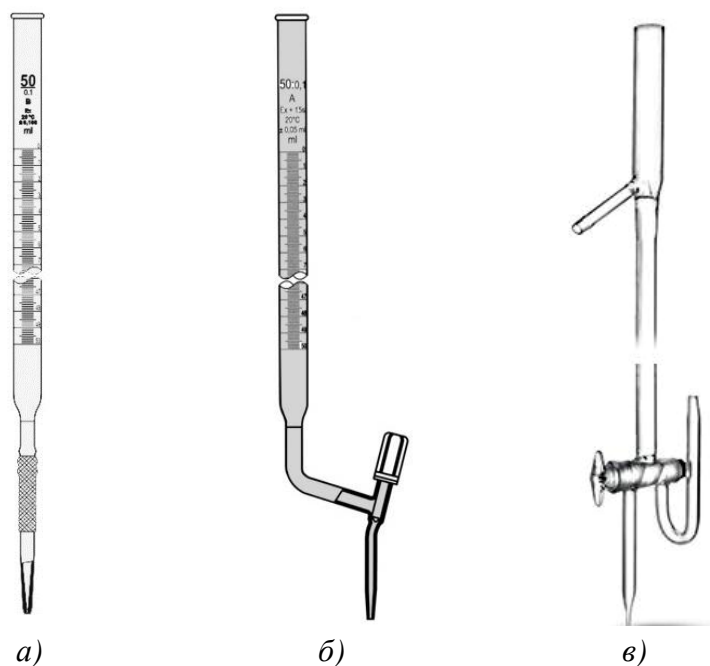


Рис. 6.7. Бюретки: безкранова бюретка з гумовою трубкою а), з краном б), з двоходовим краном і автоматичним нулем в).

Місцем відліку рівня розчину в бюретці завжди вибирають нижній край меніска. По цьому краю і калібрують бюретку. Тільки у випадку непрозорих розчинів (водний розчин  $\text{KMnO}_4$ , розчин  $\text{I}_2$  у водному розчині  $\text{KI}$  та ін.) необхідно робити відлік по верхньому краю меніска.

Верхній кінець бюретки закривають від потрапляння пилу і випаровування розчину маленькою склянкою або широкою, але короткою пробіркою.

## 6.2. Визначення густини рідких і твердих речовин

*Густина речовини* (символ  $\rho$ , одиниці вимірювання кг/м<sup>3</sup>, г/мл, г/см<sup>3</sup>) – величина, рівна відношенню маси речовини  $m_p$  до її об'єму  $V$ .

$$\rho = \frac{m_p}{V}.$$

Густина, виражена в г/л, збігається зі значенням густини в кг/м<sup>3</sup>. *Відносна густина* (символ  $d$ , величина безрозмірна) - це густина даної речовини  $\rho_p$ , ділена на густину речовини, узятої за еталон  $\rho^0$ .

$$d = \frac{\rho_p}{\rho^0}.$$

Таким еталоном, або стандартною речовиною, є або чиста вода за тиску 101325 Па (1 атм) і температури 3,98 °С, або сухе повітря за нормальних умов (101325 Па, 0°С). Густина води за умов 3,98 °С и 101325 Па дорівнює 1,0000 г/мл, а повітря за нормальних умов – 1,2928 г/л за умови складу (масові частки): 0,7547 N<sub>2</sub>, 0,2310 O<sub>2</sub>, 0,0129 Ar і 0,00046 CO<sub>2</sub>.

Оскільки густина і відносна густина залежать від температури, підрядковим індексом вказують температуру, за якої вимірювали густину. Якщо густина еталонної речовини визначена за температур, відмінних від наведених вище, то біля символу відносної густини ставлять два індекси. Наприклад, позначення  $d_{25}^5$  (N<sub>2</sub>O) = 1,5300 свідчить, що відносна густина нітроген (I) оксиду визначена за 5 °С відносно густини повітря, яка визначена за 25 °С.

*Питома вага* (символ  $\gamma$ , одиниця Н/м<sup>3</sup>) – величина, рівна відношенню ваги  $G$  (у ньютонках), тобто сили ваги, до об'єму  $V$  (у метрах кубічних):

$$\gamma = \frac{G}{V}.$$

Питома вага залежить від прискорення вільного падіння  $g$  і може бути виражена як добуток густини речовини на прискорення вільного падіння

$$\gamma = \rho_p \cdot g.$$

Густину рідини або розчину вимірюють за допомогою ареометрів, гідростатичних терезів, пікнометрів та іншими способами. Густину твердої речовини визначають пікнометричним методом, гідростатичним зважуванням і волюмометрично.

### **6.2.1. Визначення густини за допомогою ареометрів**

*Ареометри сталої маси* (інша назва – *денсиметри*) зазвичай є скляними. Вони мають у верхній частині паперову шкалу із зазначенням густини в розмірності «г/см<sup>3</sup>». Нижня частина ареометра заповнена баластом (свинцеві дробинки), нерухомо закріпленим зв'язувальною речовиною (рис. 6.8). Баласт потрібний для зниження центра ваги ареометра, щоб останній після занурення в рідину плавав у строго вертикальному положенні й перебував при цьому в стійкій рівновазі. На паперовій смужці у верхній трубці ареометра зазначена температура, за якої він відкалібрований, – звичайно це 20 °С.

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

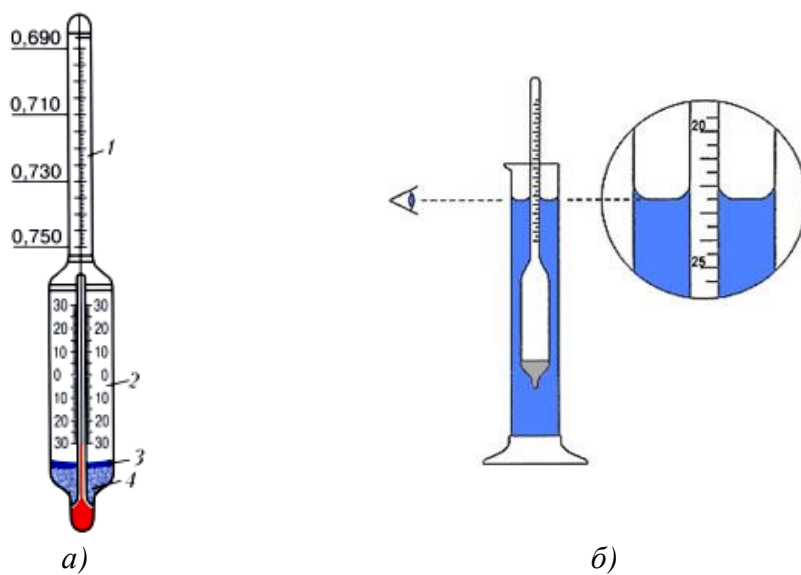


Рис. 6.8. Ареометр *а*) та схема вимірювання густини рідини за допомогою ареометра *б*): 1 – шкала густини; 2 – вбудований термометр; 3 – зв’язувальна речовина; 4 – баласт.

зростаючому порядку згори донизу. Рідину для вимірювання густини наливають у скляний циліндр (рис. 6.8, б) із діаметром, що вдвічі перевищує діаметр корпусу ареометра, і висотою більшою, ніж довжина ареометра. Циліндр перед заповненням рідиною необхідно вимити й висушити. Заповнений рідиною циліндр витримують у кімнаті доти, поки температура його вмісту не буде відрізнитися від температури навколишнього повітря на  $\pm 2$  °С. Після вирівнювання температур рідини й повітря в циліндр обережно опускають ареометр, взявши його двома пальцями за верхній кінець трубки. Ареометр в процесі занурювання не повинен зачіпати стінки циліндра, його не випускають із пальців доти, поки відмітка шкали очікуваної густини не виявиться на 3–5 мм вище рівня рідини й не з’явиться впевненість у тому, що ареометр плаває. Якщо його відпустити передчасно, то за швидкого занурення в рідину він вдариться об дно циліндра й може розбитися. В процесі занурювання ареометра рідина не повинна змочувати верхню трубку набагато вище

відмітки визначуваної густини. В іншому випадку показання ареометра будуть неточними. Занурений ареометр витримують у рідині 3–4 хв. для вирівнювання температур і визначають показання по нижньому краю меніска.

Якщо температура досліджуваної рідини відрізняється від температури, зазначеної на ареометрі (20 °C), у значення густини вводять виправлення, знайдене зі співвідношення

$$\Delta\rho_t = \beta \cdot (t_0 - t) \cdot \rho,$$

де  $\beta = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ 1/}^\circ\text{C}$ ;  $t_0$  – температура, за якої був відкалібрований ареометр;  $t$  – температура рідини;  $\rho$  – знайдена густина рідини.

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

### **6.2.2. Визначення густини за допомогою пікнометрів**

Визначення густини за допомогою пікнометрів використовують, коли необхідні точні вимірювання. В основу метода покладено визначення маси однакових об'ємів досліджуваної та еталонної рідини.

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

Густина рідини  $\rho$  за температури  $t$  дорівнює (за рівності температур води й рідини)

$$\rho^t = \rho_B \cdot \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1},$$

де  $\rho_B$  – густина дистильованої води за температури  $t$ .

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

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

Щоб визначити за допомогою пікнометра *густину твердої речовини*, проводять три зважування: досліджуваної речовини на повітрі ( $m$ ), пікнометра, наповненого чистою водою або іншою рідиною з відомою густиною, з якою тверда речовина не взаємодіє ( $m_1$ ), і пікнометра,



наповненого тією же рідиною із зануреною у неї досліджуваною речовиною ( $m_2$ ). Густину твердої речовини  $\rho$  знаходять зі співвідношення:

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

де  $\rho_p$  – густина допоміжної рідини за температури  $t$ .

Допоміжна рідина не повинна реагувати з твердою речовиною, повинна мати низький тиск пари, змочувати тверду речовину і стінки пікнометра, а її густина не повинна бути вище густини твердої речовини. Як таку рідину застосовують толуол, ксилол, бензол, бензин, етанол і інші органічні рідини. Вибір рідини багато в чому визначає значення похибки в процесі визначення густини твердої речовини. Густину допоміжної рідини встановлюють одним з відомих способів.

### **6.2.3. Визначення густини за допомогою гідростатичних терезів**

Для гідростатичного зважування скляний поплавець гідростатичних терезів або спеціально обладнаних для гідростатичного зважування аналітичних терезів опускають у досліджувану рідину (рис. 5.11). Для визначення *густини рідини* спочатку зважують поплавець із його підвіскою (дротом) у повітрі ( $m_1$ ), а потім у чистій воді ( $m_2$ ) і після цього в досліджуваній рідині ( $m_3$ ). Перші два вимірювання проводять заздалегідь і вже потім їх не повторюють. Рівень рідини в циліндрі завжди повинен перебувати на одній і тій же відмітці, нанесеній на дріт, за який поплавець підвішений до коромисла терезів. Таким чином, частина дроту являє собою невелику сталу частку загального об'єму поплавця. Метод базується на тому, що поплавець втрачає у своїй масі стільки, скільки важить витиснута ним рідина.

Густина досліджуваної рідини  $\rho$  (г/см<sup>3</sup>) за температури  $t$  після вимірювання обчислюють за рівнянням

$$\rho_t = \rho_p \frac{m_1 - m_3}{m_1 - m_2},$$

де  $\rho_p$  – густина води за температури  $t$ .

Дріт для підвішування поплавця повинен бути дуже тонким і прямим, щоб зменшити вплив поверхневого натягу. Крім того, він не повинен взаємодіяти з рідиною. Довжина дроту, зануреної в рідину, звичайно береться не більше 15 мм, щоб звести до мінімуму зменшення маси в рідині. В процесі гідростатичного зважування температуру рідини підтримують сталою і стежать за тим, щоб на поверхні поплавця і частині дроту, зануреної в рідину, не осідали бульбашки повітря. Температуру рідини в циліндрі вимірюють із точністю до 0,1 °С до і після кожного зважування, приймаючи до уваги середнє з отриманих значень.

Для визначення *густини твердої речовини*  $\rho$  її підвішують замість поплавця. Твердою речовиною може бути або застиглий розплав, у якому закріплений дріт для підвіски, або монокристал чи полікристал, вирощені з розчину або розплаву на запалі, укріпленому на дроті-підвіску. Густина твердої речовини розраховують за рівнянням

$$\rho_t = \frac{m_1 \cdot \rho_p}{m_1 - m_2},$$

де  $m_1$  – маса твердої речовини на підвіску в повітрі,  $m_2$  – її маса в еталонній рідині (дистильованій воді);  $\rho_p$  – густина еталонної рідини за температури  $t$ .

Одним з основних джерел похибок в гідростатичному зважуванні твердої речовини є вплив поверхневого натягу і в'язкості рідини, що знижує чутливість терезів. Крім того, метод ускладнюється тим, що потрібна спеціальна підготовка твердої речовини, яка не повинна включати навіть дрібних пухирців повітря і не мати порожнечі і тріщин.

Якщо терези з поплавцем калібрувались за 20 °С, то припустимі відхилення температури рідини  $\pm 5$  °С не вимагають спеціальних виправлень.

#### 6.2.4. Волюмометричний метод визначення густини

Даний метод вимірювання густини твердих речовин заснований на визначенні об'єму допоміжної рідини, витиснутої твердою речовиною. Якщо наважка твердої речовини  $m_p$ , а об'єм витиснутої нею допоміжної рідини  $V_p$ , то густина речовини  $\rho_p$  легко визначається з рівняння  $\rho_p = m_p/V_p$ . Для визначення густини використовують пікнометри із градуйованим горлом – пікнометр Рейсшауера (рис. 6.9). Такі посудини одержали назву волюмометрів. У волюмометр наливають допоміжну рідину і доводять її рівень у термостаті з температурою 20 °С до нульової відмітки на горлі. Потім всипають обережно точну наважку подрібненої речовини  $m_p$  і вміст волюмометра злегка струшують, щоб рідина змила із внутрішньої поверхні горла всі частки речовини, що пристали до неї. Після цього волюмометр поміщають у термостат і витримують до 40 хв.



Рис. 6.9. Пікнометр Рейсшауера.

за температури 20 °С. Потім відзначають рівень рідини на горлі. Це буде відповідати значенню  $V_p$  у мілілітрах. Густину розраховують за наведеною формулою.

### **Завдання для самоконтролю до розділу 6**

1. Опишіть призначення і дайте ескіз основних видів мірного посуду.
2. Дайте визначення поняттям густина, відносна густина, питома вага. Опишіть методику перевірки мірного посуду.
3. Опишіть визначення густини рідини за допомогою пікнометрів та виведіть розрахункову формулу.
4. Опишіть визначення густини рідини за допомогою ареометрів та поясніть необхідність введення поправки на температуру.
5. Опишіть визначення густини рідини гідростатичним методом та виведіть розрахункову формулу.
6. Опишіть визначення густини твердих речовин за допомогою пікнометрів та виведіть розрахункову формулу.
7. Опишіть визначення густини твердих речовин волюмометричним методом та виведіть розрахункову формулу.
8. Опишіть визначення густини твердих речовин гідростатичним методом та виведіть розрахункову формулу.

## РОЗДІЛ 7.

### ВИМІРЮВАННЯ ТЕМПЕРАТУРИ ТА ЇЇ РЕГУЛЮВАННЯ

Температура є скалярною фізичною величиною, що являє собою характеристику середньостатистичного значення кінетичної енергії часток реального тіла, яке перебуває в будь-якому агрегатному стані (твердому, рідкому, газоподібному і плазменному). У тому випадку, якщо середнє значення кінетичної енергії у всіх частинах енергетично ізольованої системи однаково, температуру такої системи називають термодинамічною.

Можливий у природі діапазон температур обмежений верхньою і нижньою фізичними межами. Нижня межа температури – абсолютний нуль – відповідає стану речовини, коли енергія теплового руху молекул і атомів речовини повинна бути дорівнює нулю, тобто хаотичний рух частинок припиняється, і вони утворюють впорядковану структуру, займаючи чітке положення у вузлах кристалічної решітки. Найнижча температура, досягнута людиною, була отримана охолодженням атомів рубідію і становила  $5,9 \cdot 10^{-12}$  К (США, 1995 р.)

Верхня межа можливої в природі температури впливає з положень квантової механіки, згідно якої верхня температурна межа відповідає перетворенню матерії в енергію і становить  $1,4 \cdot 10^{32}$  К. Найвища температура на Землі була отримана зіткненням іонів плюмбуму, прискорених до світлової швидкості, і вона становила  $10^{12}$  К (Великий Адронний Колайдер, 2010 р.).

## 7.1. Температурні шкали

Прилад, який вимірює температуру, – термометр, як і будь-який показуючий прилад, повинен мати шкалу для відліку числових значень тієї фізичної величини, *термометричні властивості* якої закладені в метод вимірювання. Для побудови температурної шкали вибирають два реперних значення температури, інтервал між якими розбивають на рівні частини. Кожну із цих частин приймають за одиницю шкали і називають градусом. Таким чином, градус температури є не одиницею температури, а тільки мірою масштабу температурної шкали [31].

Перший термометр дозволяв визначати лише зміну температури – це був *термоскоп Галілея* (1597 р.), який являв собою скляну кульку з трубкою, які відкритим кінцем трубки занурювали у воду (рис. 7.1, а). Зі зниженням температури тиск повітря всередині кульки зменшувався, і воно затягувало воду по трубці. Зі збільшенням температури тиск навпаки, зростав, і стовпчик води опускався. Пізніше (в 1657 р.) флорентійські вчені вдосконалили цей пристрій – трубки запаяли і використали кульки різних розмірів, що дозволило приблизно "визначати" певний температурний діапазон.



Рис. 7.1. Термоскоп конструкції Галілея а) та удосконалений флорентійськими вченими б).

В подальших конструкціях усіх термометрів використовували також скляну кульку із припаяною трубкою, тільки повернуті трубкою догори, до яких приєднували шкалу. Кульку заповнювали рідиною – спочатку водою, потім винним спиртом та ртуттю (запропонував *Еванджеліста Торрічеллі*).

Однією з перших температурних шкал (1701 р.) стала *шкала Рьомера* (датський астроном *Оле Крістенсен Рьомер*), в якій за нуль була обрана температура замерзання солоної води, перша реперна точка в  $30^{\circ}\text{R}\varnothing$  – температура тіла людини, а друга в  $60^{\circ}\text{R}\varnothing$  – температура кипіння води.

На основі шкали Рьомера пізніше в 1724 р. німецьким вченим *Габріелем Даніелем Фаренгейтом* була створена шкала температур, де за нуль температури прийнята температура плавлення суміші льоду з водою та  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , а іншою реперною точкою була температура тіла людини, рівна  $96^{\circ}\text{F}$ . По *шкалі Фаренгейта* температура замерзання води для тиску 1 атм (101325 Па) відповідає  $+32^{\circ}\text{F}$ , а температура кипіння води  $+212^{\circ}\text{F}$ .

У *шкалі температур Реомюра* (створена в 1730 р. французьким вченим Рене Антуаном Реомюром) за нуль температури прийнята температура танення льоду, але точці кипіння води привласнене значення  $80^{\circ}\text{R}$ . Градус Реомюра відповідає зміні об'єму спирту на одну тисячну частину.

В історії залишилась також температурна *шкала Деліля* (французький астроном *Жозеф Ніколя Деліль*, 1732 р.), в якій за нуль градусів була обрана точка кипіння води, а один градус Деліля  $1^{\circ}\text{D}$  відповідав зміні температури, за якої об'єм ртуті зменшувався на 0,00001. В цьому випадку температура замерзання води відповідала  $2400^{\circ}\text{D}$ , тому пізніше діапазон температур між точками замерзання та кипіння води був встановлений в 150 градусів.

В 1742 р. шведським вченим *Андерсом Цельсієм* була запропонована шкала, в якій за нуль була прийнята точка кипіння води, а за 100 градусів –

точка замерзання води. Пізніше шкала була перевернута, і за нуль *шкали Цельсія* прийняли точку танення льоду.

В 1848 р. британський фізик *Уільям Томсон* (перший барон Кельвін) повідомив про необхідність створення температурної шкали, нульова точка якої має відповідати найбільшому холоду – абсолютному нулю, а величиною градуса має бути градус Цельсія. Найнижча температура була встановлена як наслідок з закону Гей-Люссака, відповідно якому "Об'єм даної маси газу за сталого тиску змінюється пропорційно до температури". Гей-Люссак встановив цей коефіцієнт пропорційності, який склав 0,00366.

Тоді за температури нижче за  $-\frac{1}{0.00366} = -273 \text{ }^\circ\text{C}$  в системі має виникнути від'ємний тиск, що неможливо. В 1854 р. була введена реперна точка – потрійна точка води, яка відповідає точці існування води у трьох фазах – тиск 611 Па, температура 273,16 К. Така шкала отримала назву *шкала Кельвіна*, або *термодинамічна шкала*, і в ній один градус Кельвін 1 К дорівнює  $1/273,16$  термодинамічної температури потрійної точки особливо чистої води.

Також в закордонній англомовній технічній літературі можна зустріти значення температури в *шкалі Ранкіна* (1850 р., шотландський фізик *Уільям Ранкін*), в якій за нуль взята температура абсолютного нуля, а розмір градуса  $1 \text{ }^\circ\text{Ra}$  Ранкіна дорівнює градусу Фаренгейта.

Для переведення температур, виражених по різних шкалах, у температуру по шкалі Цельсія застосовують співвідношення:

$$^\circ\text{C} = ^\circ\text{K} - 273,15 = \frac{5}{9}^\circ\text{Ra} - 273,15 = \frac{5}{4}^\circ\text{R} = \frac{5}{9}(\text{ }^\circ\text{F} - 32).$$



## 7.2. Методи вимірювання температури

Оскільки власне температура не є конкретною фізичною величиною, для того, щоб її визначити, температуру перетворюють в іншу вимірювану фізичну величину. Для цього використовують різні речовини, фізичні властивості яких залежать від температури. Найчастіше користуються перетворенням температури в електричний сигнал, який можна точно зареєструвати простими способами. Широко використовують також властивість газів і рідин змінювати свій об'єм за зміни температури, що лежить в основі газових і рідинних термометрів. Здатність обраної речовини реагувати на зміну температури називається *термометричною властивістю*.

Існують два принципових методи вимірювання температури: *контактний*, коли термочутливий елемент перебуває в безпосередньому контакті із середовищем або тілом, температуру яких треба виміряти, і *безконтактний*, в якому не потрібно безпосереднього контакту вимірювача з об'єктом вимірювання температури.

Вимірювання температур проводять за допомогою термометрів різного типу, які можна згрупувати за їх термометричною властивістю наступним чином:

1 Дилатометричні (термометрична властивість – зміна об'єму):

1.1 біметалеві;

1.2 рідинні;

2 Манометричні (термометрична властивість – зміна тиску):

2.1 рідинні;

2.2 парові;

2.3 газові

3 Електричні (термометрична властивість – зміна рухливості електронів):

3.1 термоелектричні перетворювачі (термопари);

3.2 металеві термометри опору;

3.3 терморезистори (термістори);

4 Пірометри (термометрична властивість – зміна випромінювання):

4.1 оптичні;

4.2 радіаційні

4.3 колірні;

5 Термохімічні (термометрична властивість – зміна спектру поглинання внаслідок фазового переходу). Сюди ж можна віднести одноразові термоіндикатори – піроскопи.

### **7.3. Дилатометричні термометри**

#### **7.3.1. Біметалеві термометри**

*Біметалева* термометрична пластина являє собою відрізок стрічки, виготовленої з двох скріплених між собою металів з різними коефіцієнтами термічного розширення. Один кінець стрічки, як правило, нерухомо закріплений, а інший – переміщується в залежності від температури пластини (рис. 7.2). Широко застосовуються в побуті як захисні пристрої: для захисту від перегріву (наприклад, в електрочайнику) або від перевищення сили струму (запобіжники). Такі вироби можуть як самостійно відновлюватись, так і вимагати втручання обслуговуючого персоналу (передбачається, що персонал знайде і усуне причину неполадки, і тільки потім поверне запобіжник у вихідний стан).

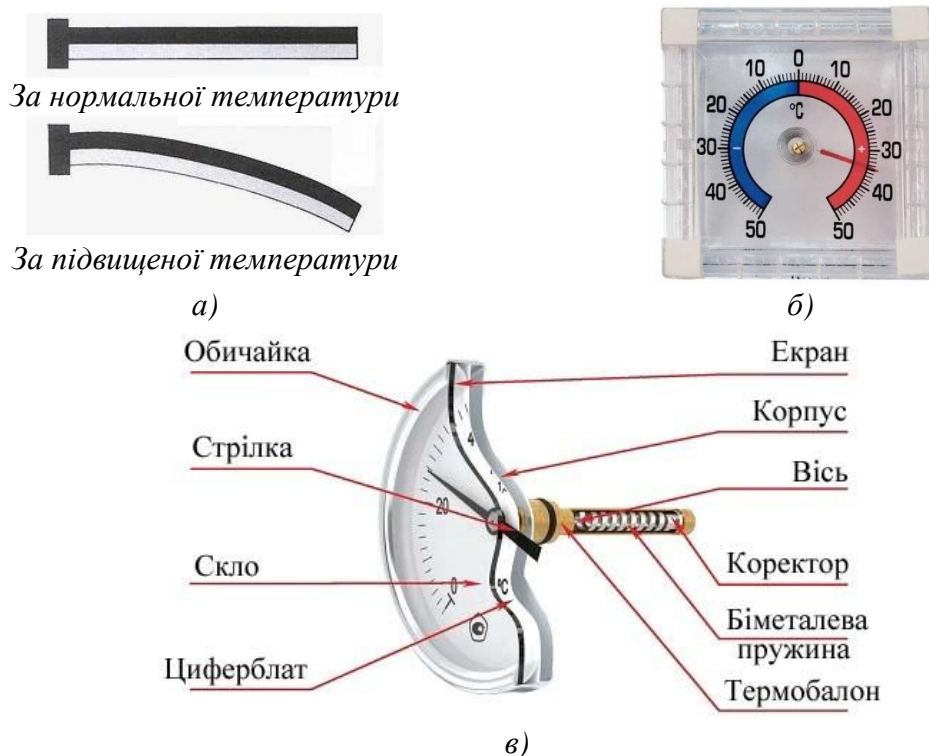


Рис. 7.2. Схема роботи біметалевої пластини а), кімнатний термометр з біметалевою пластинкою б) та промисловий біметалевий термометр в).

В тому разі, якщо біметалеву стрічку закрутити у вигляді спіралі, то вільний кінець спіралі із закріпленою на ній стрілкою буде рухатись по колу вздовж шкали. За таким принципом побудовані як побутові термометри, так і промислові (рис. 7.2, б, в). Значною перевагою таких термометрів їх дешевизна і можливість роботи навіть в агресивному середовищі.

### 7.3.2. Рідинні термометри

Найбільш простим приладом для вимірювання температури є *рідинний термометр*, де термометричною рідною виступає металева ртуть, ртутні амальгами, спиртові розчини чи інші органічні речовини (табл. 7.1). Конструкція рідинного термометра набула остаточного вигляду завдяки Фаренгейту, і на сьогодні термометр складається з майже

циліндричного резервуара, заповненого рідиною, і вакуумованої капілярної трубки.

Таблиця 7.1. Термометричні рідини [25]

Рідина	Хімічний склад	Температура, °С		Межі застосування, °С
		плавлення	кипіння	
Ртуть	Hg	-38,87	+356,58	від -35 до +800
Ртутно-талієва амальгама	91,5% Hg, 8,5% Tl	-60	–	від -59 до +300
Ізопентан (2-метилбутан)	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-160	+28	від -150 до +20
Газ	C <sub>9</sub> - C <sub>16</sub>	-	-	від -20 до +250
Петролейний ефір	Фракція бензину	-140	+36	від -120 до +25
Толуол	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>	-95	+ 111	від -90 до +100
Етанол	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	-114	+78	від -110 до +70

Завдяки високій теплопровідності, малій теплоємності металевої ртуті та значному температурному діапазону рідкого стану найбільшого поширення набули ртутні термометри. Ртутний термометр застосовують для вимірювання температур від -30 °С до +630 °С, а в окремих випадках і до 800 °С [5]. Ртутні термометри бувають *паличковими* (товстостінний капіляр, шкала зовні) і *трубчастими* (із вставною пластинкою, на якій нанесена температурна шкала) (рис. 7.3). Нижня межа області застосування ртутних термометрів визначається температурою затвердіння ртуті (-38,87 °С), а верхня – температурою кипіння ртуті за тиску 0,1 МПа (1 атм) (+356,58 °С). Проте можливе застосування ртутних термометрів і для вимірювання більш високих температур. У цьому випадку їх виконують із кварцового скла, а капіляри заповнюють азотом або аргоном під значним тиском. Зокрема, для температур від 300 °С до 500 °С тиск у капілярі становить 1,5 МПа.

Ртутні термометри не мають високу точність вимірювання температури (межа точності 0,001 °С), але вони зручні в роботі, а їхня скляна оболонка в достатній мері термічно і хімічно стійка. Порівняно

більші розміри ртутного резервуара не дозволяють застосовувати рідинні термометри для вимірювання температур малих об'єктів. Непридатні ртутні термометри і для дистанційного визначення температури.

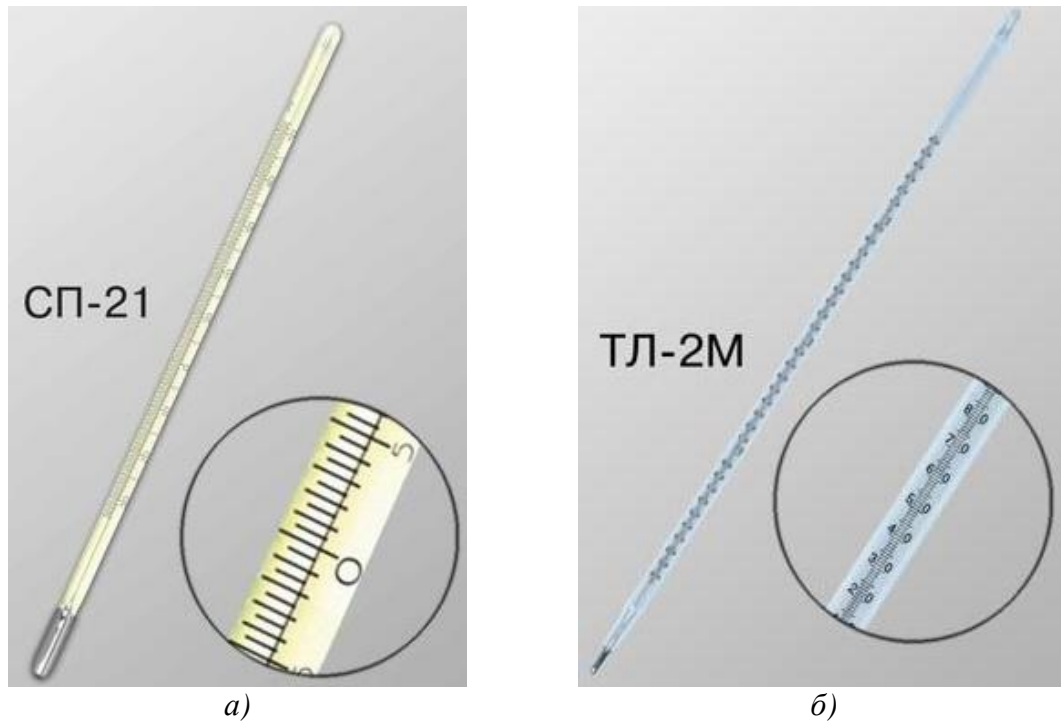


Рис. 7.3. Ртутний рідинний термометр: паличковий *а)* та трубчастий *б)*.

Паличкові термометри являють собою товстостінні капілярні трубки із зовнішнім діаметром до 8 мм, на зовнішній стороні яких витравлені поділки, зафарбовані чорною або червоною фарбою. Такі термометри мають достатню механічну міцність і вібростійкість. Паличкові термометри застосовують для вимірювання високих температур. Еталонні термометри роблять завжди паличковими. Недоліком цих термометрів є те, що вони мають капіляр, у якому рух ртуті за повільної зміни температури може припинитися на якийсь час через капілярний опір. Щоб усунути «мертвий хід» ртуті, перед відліком необхідно злегка постукасти по термометру пальцем або скляною паличкою з гумовим наконечником.

Термометри із пластинкою – трубчасті тонкостінні термометри із вкладеною пластинкою з молочного скла, на якій нанесені поділки. Пластинка розташована за капіляром і скріплена з ним. Недоліком такої конструкції є можливість зсуву пластинчастої шкали щодо капіляра. Термометри з подовженою ніжкою із ртутним резервуаром застосовують для контролю в посудинах з горлом або якщо ті мають значну висоту. Термометри з вигнутим капіляром застосовують для вимірювання температур об'єктів, які мають тільки бічні отвори. Термометри зі шліфом можуть мати ніжку різної довжини. Їх використовують у посудинах, які мають пришліфовані горла або тубуси.

Укорочені ртутні термометри, розраховані на певний вузький інтервал температур, наприклад, від 100 °С до 110 °С, від 260 °С до 270 °С, називають *термометри Аншютца*. Такі термометри мають на капілярі розширення вище мітки 0 °С, і робочий інтервал температур залежить від розмірів цього додаткового резервуара. Застосовують термометри для вимірювання температур у малогабаритних посудинах.

*Термометри з органічними рідинами* мають значну інерційність через невелику теплопровідність термометричних рідин і підвищену в'язкість за низьких температур (у порівнянні з в'язкістю ртуті). Тому перед зняттям показань необхідна витримка в одну-дві хвилини і легке постукування по термометру пальцем або дерев'яною паличкою. Оскільки органічні рідини змочують поверхню капіляра, охолоджувати такі термометри потрібно повільно, занурюючи спочатку у вимірюване середовище резервуар з термометричною рідиною, а потім, за 3–4 с, іншу частину термометра. Зберігають термометри з органічними рідинами у вертикальному положенні.

Термометри встановлюють у приладах і посудинах по можливості в безпосередньому контакті рідинного резервуара з вимірюваним

середовищем, щоб не збільшувати затримку показань термометра та розміри приладу й посудини. Для вимірювання температури фторидної кислоти, концентрованих водних розчинів гідроксиду лужного металу або в автоклаві на резервуар термометра надягають захисну гільзу, в яку додають трохи силіконового масла так, щоб у нього був занурений весь резервуар термометра. Для середовищ, взаємодіючих зі склом, гільзу виконують із фторопласту-4 або поліетилену.

### ***Правила роботи з термометрами і їхня перевірка***

Термометри – достатньо чутливий інструмент вимірювання температури. В процесі їхнього використання потрібна обережність і дотримання правил, зазначених у прикладених до термометрів паспортах. Так, ртутні термометри мають термічну інертність, вони не відразу сприймають температуру вимірюваного середовища. Якщо температура середовища стала, то доводиться вичікувати якийсь час, щоб вся ртуть у резервуарі термометра встигла прийняти температуру навколишнього простору. *Не можна нагрівати термометри вище максимальної температури*, зазначеної на шкалі. Це може привести до поломки капіляра або спотворення показань термометра.

Найбільш часте пошкодження – розрив ртутного стовпчика, що може відбутися з ряду причин, але найчастіше – через різке охолодження термометра, нагрітого перед цим до високої температури. Таке ушкодження вдається виправити, якщо обережно нагріти термометр до температури, за якої стовпчики ртуті з'єднуються, після чого термометр необхідно повільно охолодити.

Значним недоліком скляних термометрів є зміна показань з часом через старіння скла, у результаті якого відбувається зміна об'єму ртутного резервуара і капіляра, що призводить до зсуву нульової відмітки.

Практично незсувну нульову відмітку мають тільки термометри, виготовлені із кварцового скла.

Необхідно мати на увазі, що звичайна гарантія на правильність показань скляних термометрів з виправленнями, зазначеними в паспортах, становить близько року. Після цього строку термометри навіть за умови правильного поводження з ними необхідно перевіряти за зразковим термометром і вводити до їхніх показань відповідні виправлення.

Одним з найбільш важливих виправлень, які необхідно вводити до показань навіть нових термометрів, є *виправлення на виступаючий стовпчик ртуті* (рис. 7.4) [25]. Температура ртуті в цьому стовпчику  $t_2$  завжди відрізняється від температури  $t_1$  ртуті в резервуарі термометра (показання термометра). Виправлення, що враховує цю різницю температур, дорівнює

$$\Delta t = \alpha \cdot l \cdot (t_1 - t_2)$$

де  $\alpha$  – коефіцієнт розширення ртуті в склі, рівний для паличкових термометрів 0,000168 і для трубчастих 0,000158;  $l$  – довжина виступаючого стовпчика ртуті в градусах даного термометра.

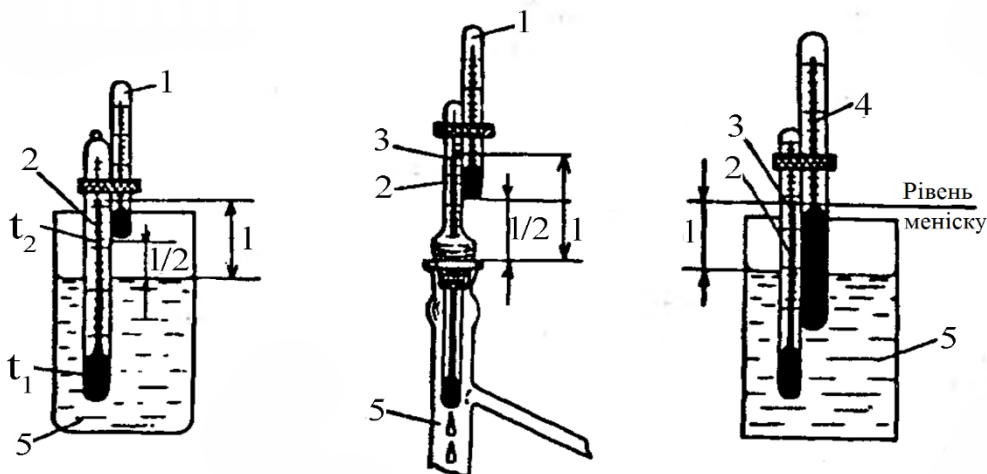


Рис. 7.4. Визначення виправлення на виступаючий стовпчик ртуті: 1 – термометр Аншютца; 2 – виступаючий стовпчик ртуті; 3 – меніск; 4 – термометр; 5 – вимірюване середовище;  $l$  – висота виступаючого стовпчика ртуті (в градусах).



Значення  $t_2$  визначають, приклавши кінець термометра Аншютца до середини виступаючого стовпчика ртуті. Більш точне виправлення одержують, застосовуючи допоміжний термометр із подовженим ртутним резервуаром (від 5 см до 20 см). Верхній кінець резервуара повинен перебувати на рівні меніска термометра, який перевіряють, а нижній кінець – у вимірюваному середовищі.

Тільки за умови занурення термометра у вимірюване середовище вище рівня ртуті в капілярі показання його будуть точними і виправлення на виступаючий стовпчик ртуті вводити не знадобиться.

*Приклад.* Термометр із лінійкою поміщений в алюмінієвий блок до поділки  $+20\text{ }^\circ\text{C}$ , а показання термометра становлять  $220\text{ }^\circ\text{C}$ . Температура стінки термометра на середині виступаючого стовпчика ртуті становить  $18\text{ }^\circ\text{C}$ . Звідси значення  $l=220-20=200$ , а  $t_1 - t_2 = 220-18 = 202$ , отже, виправлення на виступаючий стовпчик ртуті складає:  $\Delta t = 0,000158 \cdot 200 \cdot 202 = 6,38\text{ }^\circ\text{C}$ . Таким чином, температура алюмінієвого блоку дорівнює  $220 + 6,38 = 226,38\text{ }^\circ\text{C}$ .

Перевірка термометра після закінчення його гарантійного строку починається із встановлення положення нульової точки термометра. Для цього термометр занурюють у крижану суміш, отриману з льоду чистої води. Потім виконують калібрування термометра по точці кипіння чистої води.

Перевіряти показання термометра можна і по еталонному термометру, поміщаючи обидва термометри поруч або у воду (до  $100\text{ }^\circ\text{C}$ ), або в розтоплений парафін (до  $250\text{ }^\circ\text{C}$ ). Ртутні резервуари обох термометрів повинні стикатися один з одним. Воду або парафін перемішують за повільного підвищення температури: одна мала поділка шкали термометрів у хвилину. Показання термометрів знімають за допомогою лупи або зорової труби. Перед цим термометри злегка

постукують дерев'яною паличкою. Щоб не робити виправлення на виступаючий стовпчик ртуті, обидва термометри занурюють у рідину на ту ж кількість градусів.

#### 7.4. Манометричні термометри

В 1787 році Шарль встановив, що однакове нагрівання будь-якого газу призводить до однакового підвищення тиску, якщо при цьому об'єм залишається постійним. Зі зміною температури за шкалою Цельсія або термодинамічною шкалою залежність тиску газу за сталого об'єму виражається лінійним законом. А це означає, що тиск газу ( $V = \text{const}$ ) можна прийняти в якості кількісної міри температури. Поєднавши посудину, в якому знаходиться газ, з манометром і проградувати прилад, можна вимірювати температуру за показаннями манометра (рис. 7.5).

Найбільш точні результати виходять, якщо в якості робочого тіла використовувати водень або гелій. Газовими термометрами зазвичай користуються тільки для перевірки термометрів іншого пристрою, більш зручних в повсякденному застосуванні, ніж газові.

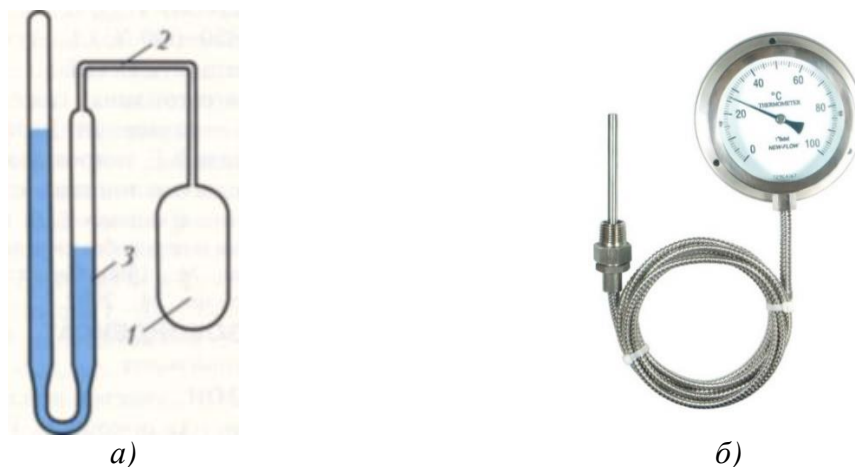


Рис. 7.5. Газовий термометр конструкції Шарля а) та манометричний термометр б):  
1 – балон з газом; 2 – з'єднувальна трубка; 3 – пристрій для вимірювання тиску.

Паровий манометричний термометр складається з металевого балончика, заповненого легкокиплячою рідиною приблизно на 60 % (рис. 7.6). Діаметр балончика для вимірювання температур до 300 °С становить близько 18 мм, а довжина капілярної трубки від 100 мм до 1000 мм. Внутрішній її діаметр не перевищує 0,4 мм для зовнішнього діаметру до 7 мм. Капілярна трубка вимагає дуже акуратного поводження. Для захисту від корозії на неї наносять гумове або поліетиленове покриття.

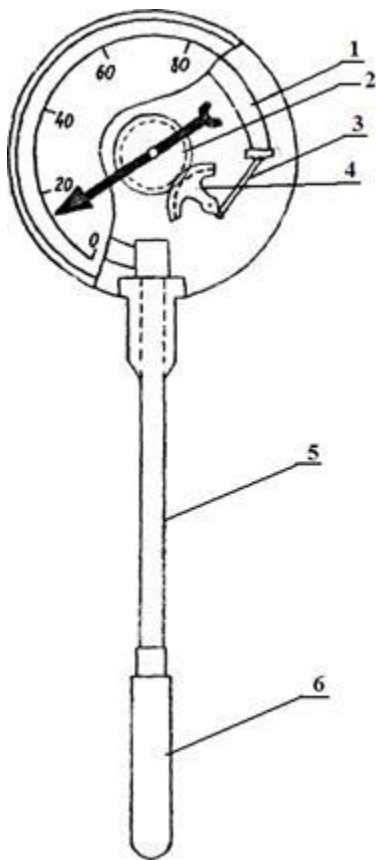


Рис. 7.6. Будова манометричного термометра:  
 1 – трубка Бурдона; 2 – зубчаста шестерня;  
 3 – передатковий механізм; 4 – зубчастий сектор (квадрант); 5 – капілярна трубка; 6 – термобалон.

Тиск пари рідини експоненційно зростає з підвищенням температури середовища і не залежить від кількості рідини в балончику. Зміну тиску сприймає пружний елемент термометра (трубка Бурдона), який передає рух стрілки, що показує по шкалі температуру вимірюваного середовища. Випускаються парові манометричні термометри із пропаном (від -40 °С до

+40 °C), діетиловим ефіром (від +40 °C до 160 °C), діоксидом сульфуру (від 0 °C до 160 °C), етанолом (від 85 °C до 245 °C), ксилолом (від 150 °C до 360 °C).

У рідинних манометричних термометрів балончик, капіляр, а також пружний елемент повністю заповнені рідиною. З підвищенням температури середовища об'єм, займаний рідиною, збільшується відповідно різниці теплового розширення рідини і балончика. Збільшення об'єму розкручує пружний елемент, що пов'язаний з механізмом руху стрілки по шкалі, відкаліброваної в градусах температурної шкали. Як рідину в таких термометрах застосовують ртуть і органічні речовини. Розміри балончика і капілярної трубки такі ж, як і у парових манометричних термометрів. Манометричні термометри мають практично лінійну шкалу температур.

## **7.5. Електричні термометри**

### **7.5.1. Термометри опору**

*Термометри опору* є найбільш точними датчиками для вимірювання температур у досить великому температурному інтервалі (рис. 7.7). Точність вимірювання температури в області до 400 °C може досягати 0,00001 °C. Термометр опору і прилад для вимірювання опору можуть перебувати на майже будь-якій відстані один від одного.

Опір провідника  $R$ , Ом визначається з рівняння

$$R = \rho \cdot l/S.$$

де  $l$  – довжина провідника, см;  $S$  – поперечний переріз провідника, см<sup>2</sup>;  $\rho$  – питомий опір, Ом·см.

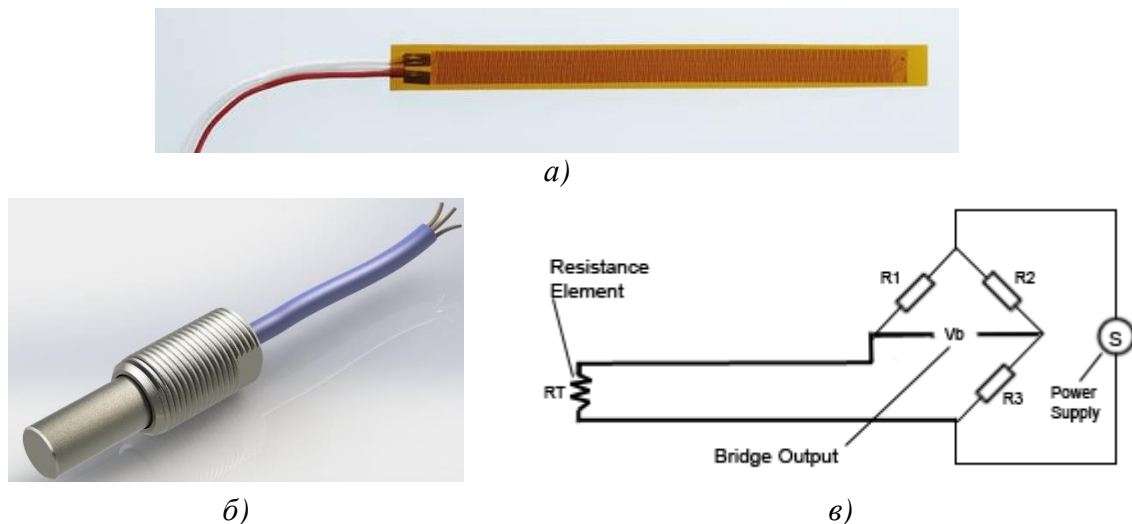


Рис. 7.7. Мідний термометр опору *a)*, платиновий термометр опору у кожусі *б)* та електрична схема підключення термометра опору *в)*.

Питомий опір в діапазоні температур від  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  лінійно залежить від температури:

$$\rho = \rho_0 \cdot (1 + \alpha \cdot t),$$

де  $\rho_0$  – питомий опір за  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $t$  – температура,  $^{\circ}\text{C}$ ;  $\alpha$  – температурний коефіцієнт опору. У зазначеному інтервалі температур для платини і міді значення  $\alpha$  дорівнює відповідно  $0,38 \cdot 10^{-2} (\text{ }^{\circ}\text{C})^{-1}$  і  $0,43 \cdot 10^{-2} (\text{ }^{\circ}\text{C})^{-1}$ . Зі збільшенням температури електричний опір металів безупинно і монотонно збільшується і для діапазону температур від  $-180\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $+630\text{ }^{\circ}\text{C}$  ця залежність досить точно визначається рівнянням типу

$$R_t = R_0 \cdot (1 + a \cdot t + b \cdot t^2),$$

де  $R_t$  – вимірюваний опір;  $t$  – вимірювана температура;  $R_0$ ,  $a$  і  $b$  – сталі для даного термометра опору, значення яких знаходять в процесі градування термометра по чотирьох реперних точках, обраних для даного інтервалу температур. Отримані рівняння вирішують і визначають температуру за значенням  $R_t$ .

Для точних вимірювань температури в інтервалі від  $-180\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $+630\text{ }^{\circ}\text{C}$  застосовують тільки платинові термометри опору, виготовлені із платинового дроту діаметром від  $0,04\text{ мм}$  до  $0,5\text{ мм}$ . Із платинового дроту діаметром  $0,5\text{ мм}$  випускають термометри опору для вимірюванні температур від  $+630\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $+1060\text{ }^{\circ}\text{C}$  з похибкою вимірювань  $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Вимірювання температур в інтервалі від  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $+180\text{ }^{\circ}\text{C}$  проводять також з використанням мідних термометрів опору.

### 7.5.2. Термістори

*Термістор* (терморезистор) – це напівпровідниковий термочутливий опір. З підвищенням температури опір термістора різко зменшується, а отже, збільшується його електропровідність. Основна перевага термісторів – великий температурний коефіцієнт опору – близько  $4\%$  на градус (у платини і міді близько  $0,4\%$  на градус). Малі габарити термісторів забезпечують їх невелику теплову інерційність, що важливо для вимірювання порівняно швидко мінливих температур. Для виготовлення термісторів застосовують оксиди титану, кобальту, магнію, марганцю та інших металів. Недоліками напівпровідникових термоперетворювачів опору є нелінійність зміни опору від температури і її значна залежність від складу суміші матеріалу, що ускладнює взаємозамінність. Термістори застосовуються, головним чином, в приладах позиційного регулювання температури.

Для позначення термісторів застосовують скорочення: NTC – Negative Temperature Coefficient – негативний ТКО (температурний коефіцієнт опору), PTC – Positive Temperature Coefficient – позитивний ТКО.

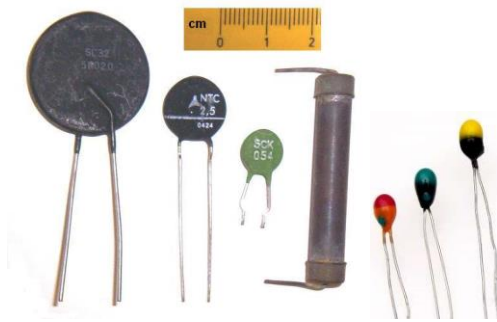


Рис. 7.8. Термістори різних типів.

NTC термістори в діапазоні температур від  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  змінюють свій опір від декількох сотень або тисяч Ом до декількох десятків або сотень Ом, тобто з підвищенням температури їх опір знижується. PTC термістори в діапазоні температур від  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $75\text{ }^{\circ}\text{C}$  зберігають опір приблизно на рівні 100 Ом. Однак, починаючи з температури  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ , він починає швидко рости до значень порядку 10 кОм за  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Такі властивості термісторів зумовили їх широке застосування в пристроях термостабілізації, автоматики, захисту від перевантажень і пожежної сигналізації. Термістори можуть бути виготовлені дуже невеликих розмірів для вимірювання температур у мініатюрних приладах і у малодоступних місцях. Звичайний опір термісторів, застосовуваних для вимірювання температур, становить від 1 кОм до 5 кОм. За такого значного опору результати вимірювань не залежать від довжини сполучних дротів.

### 7.5.3. Термопари

*Термопара* (термоелектрична пара, ТЕП) - це датчик температури, що складається із двох з'єднаних (зварених, спаяних, скручених) різнорідних по складу провідників струму, – термоелектродів. Їхнє з'єднання – головний, або гарячий, спай – поміщають у середовище вимірюваної температури. Два інші кінці з'єднують із дротами, що йдуть

до вимірювальних приладів. Місця з'єднання з проводами утворюють побічні, або холодні, спаї термопар (рис. 7.9). Принцип дії термопар базується на *термоелектричному ефекті*, або *ефекті Зеєбека*. Градієнт температур створює в провіднику градієнт концентрацій носіїв заряду (електронів), в результаті чого виникають два дифузійних потоки носіїв заряду уздовж і проти градієнта температур, які створюють надлишок негативних зарядів на одному кінці провідника, а на іншому – позитивних. Напруга, яку визначають мікрвольтметром, залежить від різниці рухомості "гарячих" й "холодних" електронів.

Термопары слугують переважно для вимірювання температур в інтервалі від 300 °С до 1500 °С (табл. 7.2). Якщо потрібно виміряти температуру вище 600 °С з великою точністю, то термопары майже незамінні. Застосовують термопары і для вимірювання дуже низьких температур.

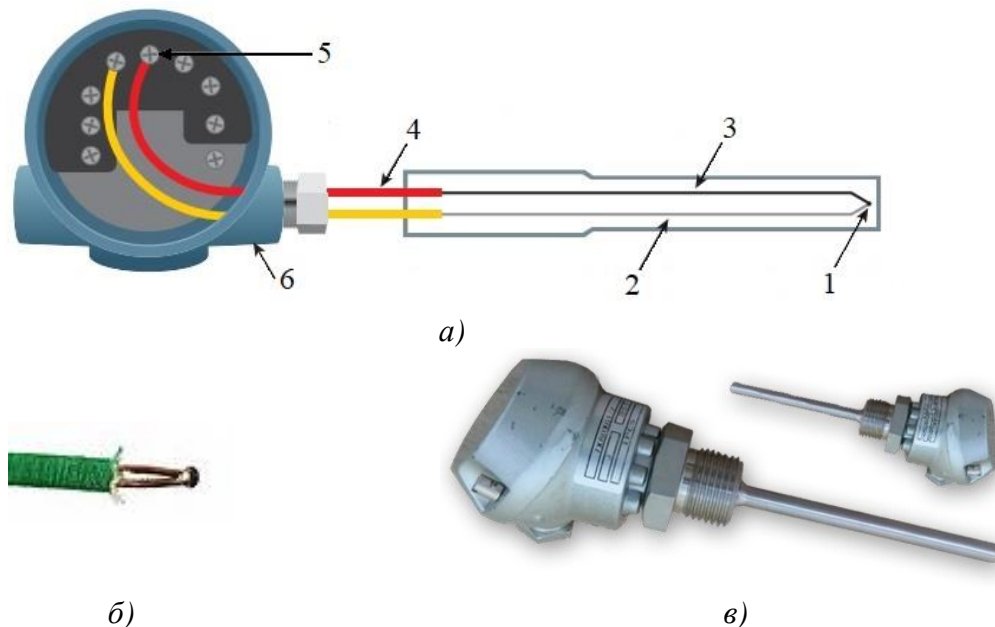


Рис. 7.9. Конструкція термопары *а*), гарячий спай *б*) та зовнішній вигляд термопары *в*):  
 1 – гарячий спай; 2 – метал А (позитивний електрод); 3 – метал Б (негативний електрод); 4 – ізольовані з'єднувальні дроти; 5 – холодний спай; 6 – корпус.



Таблиця 7.2. Характеристики промислових термопар [32]

Тип термопар	Матеріал позитивного електрода	Матеріал негативного електрода	Температурний діапазон, °С
1	2	3	4
K	Хромель Cr–Ni	Алюмель Ni–Al	від 0 до +1100
J	Залізо Fe	Константан Cu–Ni	від 0 до +700
N	Нікросил Ni–Cr–Si	Нісил Ni–Si–Mg	від 0 до +1100
R	Платинородій Pt–Rh (13 % Rh)	Платина Pt	від 0 до +1600
S	Платинородій Pt–Rh (10 % Rh)	Платина Pt	від 0 до +1600
B	Платинородій Pt–Rh (30 % Rh)	Платинородій Pt–Rh (6 % Rh)	від +200 до +1700
T	Мідь Cu	Константан Cu–Ni	від -185 до +300
E	Хромель Cr–Ni	Константан Cu–Ni	від 0 до +800

## 7.6. Пірометри

Принцип дії безконтактних засобів вимірювання температури – пірометрів заснований на вимірюванні теплового випромінювання нагрітих тіл. Безконтактними методами температура визначається за тепловим електромагнітним випромінюванням нагрітих тіл пірометрами випромінювання. Основними перевагами цього типу приладів є безконтактність вимірювань і можливість контролю високих (до 4000 °С) температур.

Залежно від температури нагріте тіло випромінює енергію у вигляді хвиль різної довжини. За температур до 500 °С тіла випромінюють невидимі інфрачервоні промені. З підвищенням температури колір змінюється від темно-червоного до білого.

Таблиця 7.3. Вплив температури на колір випромінювання розжареного тіла [25]

Температура, °С	Колір розпеченого тіла	Температура, °С	Колір розпеченого тіла
550	Темно-червоний	1100	Темно-жовтогарячий
700	Червоний	1200	Жовтий
800	Темно-вишневий	1300	Білий
900	Вишневий	1400	Яскраво-білий
1000	Світло-вишневий	1500	Сліпуче білий

За принципом дії пірометричні термометри діляться на оптичні, колірні і радіаційні. Оптичні пірометри засновані на порівнянні яскравості монохроматичного випромінювання тіла і еталонної нитки лампи розжарювання. За допомогою реостата домагаються однакової яскравості об'єкта і нитки. Відлік показань проводиться за мікроамперметром. Радіаційні пірометри оцінюють температуру шляхом порівняння потужності теплового випромінювання, а колірні пірометри аналізують інтенсивність випромінювання в різних частинах спектру.

В хімічних лабораторіях пірометри застосовують нечасто. Їх більше використовують у металургії і будівельній промисловості для контролю за тепловим режимом мартенівських печей, печей по випалу вапняку та інших матеріалів. Однак для контролю температури в спеціальних печах пірометри можуть замінити дефіцитні і дорогі високотемпературні термометри.

### 7.7. Термохімічний спосіб визначення температури

Деякі тверді речовини здатні в процесі нагрівання змінювати свою кристалічну структуру, і, як наслідок – колір (через зміну спектра поглинання внаслідок фазового переходу).

Термофарби були розроблені для визначення температури на поверхні виробів довільної форми, в тому числі – на поверхні рухомих предметів. Однією з форм випуску термоіндикаторів фарб є так звані «воскові олівці». Точність вимірювання температури термохімічною фарбою  $\pm(5-10)$  °С.

Термохімічні фарби здатні до багаторазових оборотних змін забарвлення. На відміну від них конуси Зегера, або керамічні піроскопи, є одноразовими індикаторами температури. Виготовляється з суміші глини і солі у вигляді конуса або піраміди висотою від 4 см до 6 см (рис. 7.10).



*Рис. 7.10. Конуси Зегера.*

Конуси Зегера застосовується в основному в процесі випалювання глиняних виробів (якість якого визначається не тільки кінцевої температурою, але і часом нагріву), а також для оцінки вогнетривкості матеріалів.

Шкала конусів Зегера, що нараховує до 60–80 номерів, включає інтервал температур від 600 °С до 2000 °С. Зазвичай три-чотири конуса, що мають різні температури плавлення, поміщають на шамотову пластину в піч, температуру якої бажають виміряти. Температурою печі вважають температуру плавлення того конуса, вершина якого зігнеться і торкнеться

опори. Точність вимірювання температури за допомогою конусів Зегера не перевищує  $\pm 20$  °С.

### 7.8. Регулювання температури

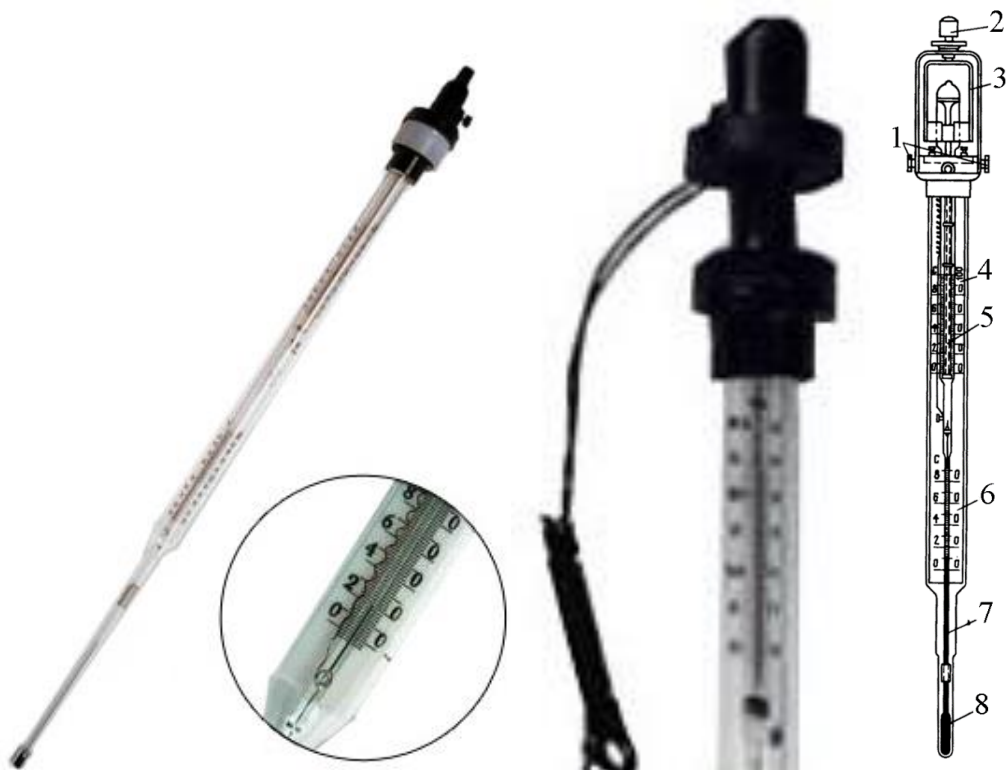
На регулювання температури в тому або іншому нагрівальному приладі (муфельні печі, термостати, сушильні шафи та ін.) значно впливають розміри і геометрія обігрівного об'єму, теплопровідність стінок, що обмежують цей об'єм, швидкість подачі і відводу теплоти.

Якщо до сталості температури не пред'являють жорстких вимог, а підведення і відведення теплоти більш-менш збалансовані, то підтримки температури на потрібному рівні можна досягти ручним регулюванням електрообігрівання за допомогою автотрансформатора. Точність такого регулювання за наявності певного досвіду і постійності контролю можна довести до  $\pm(2-5)$  °С. Зрозуміло, для тривалих дослідів без догляду за нагрівальним приладом цей спосіб непридатний. Для автоматичного регулювання температури необхідні три пристрої: датчик температури, електронна схема перетворення сигналу датчика і реле, з'єднане із джерелом теплоти. Для використання автоматичного регулювання температури віддають перевагу електрообігріванню.

*Контактний термометр* – один з найбільш простих і надійних датчиків температури, що дозволяє її регулювати від  $-30$  °С до  $+500$  °С. У термометрі один контакт нерухомо зв'язаний зі стовпчиком ртуті, а інший (вольфрамовий або платиновий дротик) пересувається по капіляру за допомогою овальної гайки, яка піднімається або опускається гвинтом, що приводиться у рух сталим обертовим магнітом (рис. 7.11). Коли стовпчик ртуті досягне кінця дроту рухливого контакту, відбувається замикання кола електронного реле, яке розмикає ланцюг електричного нагрівача.

Температура нагрівального об'єму знижується доти, поки ртутний стовпчик не відірветься від кінця дроту рухливого контакту. У цей момент замикаються контакти реле і електронагрівач знову включається у ланцюг електричного струму.

Контактний термометр працює разом із простим реле або більш складним електронним реле, що подає на нього якомога меншу напругу і силу струму, щоб у капілярі не утворювалася електрична дуга. Дуга, яка виникає під час контакту дротика зі стовпчиком ртуті, викликає розпилення ртуті і металу, появу в капілярі забруднень, що зменшує надійність у регулюванні температури. Точність регулювання температури контактним термометром не перевищує  $\pm 0,05$  °С.



*Рис. 7.11.* Електроконтактний термометр: 1 – стопорні гвинти; 2 – регулювальна ручка; 3 – обертовий магніт; 4 – шкала встановлення температури; 5 – контактний щуп; 6 – нижня шкала; 7 – ртутний стовпчик; 8 – ртутний резервуар.

## 7.9. Термостати

Під термостатами розуміють установки, що дозволяють підтримувати в робочому просторі постійну температуру вище температури навколишнього середовища. Термостати можуть бути рідинними, паровими, твердотільними і повітряними.

*Рідинні термостати* – найпоширеніший вид лабораторних термостатів (рис. 7.12). У рідинних термостатах можна підтримувати постійну температуру від 25 °С до 350 °С з точністю  $\pm 0,02$  °С. Нагрівальним елементом термостата слугує ніхромовий дріт у скляній, кварцовій або металевій трубці, розташованій над дном термостата. Терморегулятор - контактний термометр, зв'язаний з електронним реле. Контроль за температурою рідини ведуть за допомогою термометра. Рідина переміщується найчастіше пропелерною мішалкою, розташованою ексцентрично щодо осі термостата, щоб уникнути обертання всієї маси термостатуючої рідини. Мішалка працює більш спокійно і перемішує більш ефективно, якщо надає рідині рух нагору. У протилежному випадку на поверхні утворюється повітряна лійка, яка всмоктує повітря, і мішалка втрачає рівномірність обертання.



Рис. 7.12. Лабораторні термостати.

Рідину для термостата вибирають залежно від інтервалу робочих температур. Вона повинна мати невисоку в'язкість, незначний тиск пари і високу термостійкість, мати хімічну інертність до матеріалів термостата і фізіологічну нешкідливість, не бути горючою і дорогою. Як таку рідину в інтервалі температур від 25 °С до 80 °С застосовують воду, від 80 °С до 150 °С – 80 %-ний розчин гліцерину у воді, від 150 °С до 350 °С – кремнійорганічні рідини (поліорганосилоксани), нафтові олії, рідкі суміші висококиплячих вуглеводнів.

### **Завдання для самоконтролю до розділу 7**

1. Дайте визначення поняттям «температура» і «градус». Наведіть основні температурні шкали та формули для перерахунку їх в шкалу Цельсія.
2. Опишіть методи вимірювання температури.
3. Назвіть основні пристрої для визначення температури по групах в залежності від термометричної властивості.
4. Поясніть принцип роботи рідинних термометрів, наведіть їх основні види.
5. Поясніть необхідність визначення поправки на виступаючий стовпчик ртуті та наведіть методичку.
6. Охарактеризуйте методи визначення температур за допомогою пірометрів і керамічних піроскопів.
7. Поясніть принцип роботи манометричних термометрів.
8. Поясніть принцип роботи термометрів опору, термісторів і термопар.

## РОЗДІЛ 8. НАГРІВАННЯ ТА ОХОЛОДЖЕННЯ

Нагрівання і охолодження речовин та їхніх сумішей – найважливіші операції в хімічній лабораторії. Температура – один із самих потужних факторів впливу на хімічні реакції. Синтез багатьох речовин неможливий без нагрівання або охолодження реакційної суміші. Розкладання твердих фаз для одержання простих і складних оксидів або газів також вимагає нагрівання. Розділення і очищення речовин методами перегонки і конденсації, розчинення і кристалізації, сублимації і десублимації вимагають або нагрівання, або охолодження, або поперемінної дії цих процесів. Розглянемо елементарні пристрої для здійснення процесів нагрівання і охолодження.

### 8.1. Бані

Бані залежно від теплоносія ділять на рідинні, рідкосольові, рідкометалеві, повітряні, парові, піскові та криптолові. Бані застосовують для нагрівання скляних і порцелянових посудин, коли потрібно створити навколо нагріваного об'єкта рівномірне температурне поле і уникнути використання відкритого полум'я та розпеченої електричної спіралі.

*Рідинні бані* бувають одно- і багатомісними, як правило, із закритим електричним обігрівом, з автоматичним регулюванням рівня рідини. Всі багатомісні рідинні бані обладнані рівнеміром.

Для нагрівання посудин до 100 °С застосовують *водяні бані*. Вода в порівнянні з іншими рідинами має найвищу теплопровідність



(поступається тільки ртуті). Така баня придатна для нагрівання за допомогою електронагрівача колб для перегонки рідини, що кипить за температури не вище 80 °С. Рівень води в бані не повинен доходити 3 см до її краю. Посудина, яку нагрівають, може бути занурена у киплячу воду, а може перебувати і вище її рівня. Наприклад, склянки можна встановити на кришці бані. Вода в бані під час її використання постійно кипить, забезпечуючи сталу температуру обігріву. Такий тип бань називається *паровою*. Задля підтримки сталого рівня води у бані її обладнують регулятором сталого рівня, трубки якого приєднують за допомогою гумових шлангів до водопровідного крана та зливальної раковини. Для обігрівання невеликих об'ємів рідини доцільніше використовувати одномісні бані, які встановлюють на електроплитку, або які обладнані електронагрівником. Такі типи бань випускаються із секційними кришками, які можуть слугувати як тримачами горловин для обігріву колб, так і підтримуючою основою для нагрівання випарних чаш на паровій бані (рис. 8.1). Роль водяної бані може відігравати також будь-який великий хімічний стакан, встановлений на електронагрівальну плитку.



Рис. 8.1. Одно- *a)* та багатопозиційна *б)* електричні бані.

Крім води в рідинних банях застосовують водні розчини деяких солей, які мають високу теплопровідність і дозволяють підтримувати в бані температуру від 105 °С ( $\text{MgSO}_4$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{NaCl}$ ) до 140 °С ( $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) [5]. Поверхню водних розчинів солей захищають від появи кристалічної плівки, додаючи в баню від 5 мл до 10 мл парафінової олії. Для підтримки постійної температури киплячого водного розчину солі необхідно зберігати її вихідну концентрацію, автоматично додаючи чисту воду до початкового рівня за допомогою регуляторів.

Як киплячу рідину, крім водних розчинів солей, застосовують суміш 400 г 85 %-го розчину  $\text{H}_3\text{PO}_4$  і 100 г твердого  $(\text{HPO}_3)_4$ . Така суміш залишається прозорою і стійкою за температур до 250 °С. Однак водні розчини солей і фосфатних кислот викликають сильну корозію металевих бань; крім того, в процесі охолодження бань відбувається кристалізація солей на стінках і кришці. Тому бані для сольових розчинів готують або з нержавіючої сталі, або з титану. Деякі фірми випускають бані, виготовлені з порцеляни із внутрішніми кварцовими електронагрівачами. Теплоносієм рідинних бань може бути також гліцерин у температурному інтервалі від 60 °С до 180 °С. Необхідно пам'ятати, що за температури вище 200 °С гліцерин починає диміти і розкладатися з утворенням акролеїну, який викликає слезотечу та кашель. До того ж гліцерин – відносно в'язка рідина і легко поглинає воду.

В інтервалі температур від 60 °С до 250 °С може бути використаний безбарвний триетиленгліколь із температурою плавлення -7,2 °С і кипіння 287,4 °С [5].

Бані з парафіновим (вазеліновим) маслом можна нагрівати тільки до температури 150 °С. В процесі тривалого використання спостерігається осмолення олій, рідина набуває жовто-коричневого кольору, стає в'язкою, а вище 200 °С починає сильно диміти.

Для області температур від 100 °С до 250 °С широке застосування знайшли масляні бані, у яких рідиною є висококиплячі продукти перегонки нафти, наприклад, масло циліндрове 52 ("Вапор") або менш в'язке масло циліндрове 24 ("Віскозин"), температура займання яких близька до 300 °С. Масло в контакті з повітрям починає темніти тільки вище 360 °С, і швидкість його окиснення з одночасним збільшенням в'язкості росте з подальшим підвищенням температури. Одночасно зростає і можливість раптового запалення. У часто використовуваній масляній бані масло необхідно міняти не рідше одного разу на місяць.

Кращим теплоносієм для масляних бань є безбарвне силіконове мастило (суміш кремнійорганічних сполук), що витримує тривале нагрівання до майже 360 °С без помітної зміни кольору і в'язкості; також таке мастило не викликає корозії металевих бань. Баню заповнюють мастилом до 1/2 об'єму, тому що за нагрівання воно розширюється і надлишок може перелитися через край і зайнятися. У масляних банях потрібно постійно контролювати температуру. Сталої температури мастило не має, і перегрів його також може викликати займання. В процесі нагрівання в мастило не повинні попадати вода та інші низькокиплячі рідини, оскільки вже від декількох крапель води мастило спінюється і розбризкується.

Масляні бані необхідно використовувати у витяжній шафі: пара мастила шкідлива і має неприємний запах. Поруч із масляною банею завжди треба тримати азбестову тканину. Іноді за тривалого нагрівання із гранично припустимою температурою мастило в бані спалахує. Щоб погасити вогонь, баню накривають азбестовою тканиною. *Ні воду, ні пісок для гасіння палаючого масла застосовувати не можна!*

Рівень речовини, яку нагрівають, у посудині, поміщеній у масляну баню, повинен збігатися з рівнем масла. Для виймання посудини з гарячої

бані її спочатку тримають над порцеляною чашкою, щоб мастило могло стекти з її стінок, а потім шматочком фільтрувального паперу знімають залишки масла і занурюють у  $\text{CCl}_4$  для видалення залишків масляних слідів.

Нагрівання до температури вище  $350\text{ }^\circ\text{C}$  не витримує практично жодна рідина як теплоносії. Тому для таких температур застосовують бані з розплавами солей (рідкосольові бані) і з розплавами металів та їхніх сплавів (рідкометалеві бані).

*Рідкосольові бані* використовують тоді, коли не можна скористатися рідинними банями. Для рідкосольових бань частіше застосовують три суміші солей:

а) суміш  $\text{BaCl}_2$  (31 %),  $\text{CaCl}_2$  (48 %)  $\text{NaCl}$  (21 %) з температурою плавлення  $430\text{ }^\circ\text{C}$  та діапазоном застосування від  $580\text{ }^\circ\text{C}$  до  $700\text{ }^\circ\text{C}$ ;

б) суміш  $\text{BaCl}_2$  (50 %),  $\text{KCl}$  (30 %) і  $\text{NaCl}$  (20 %), використовувану в інтервалі температур від  $650\text{ }^\circ\text{C}$  до  $900\text{ }^\circ\text{C}$ ;

в) суміш  $\text{BaCl}_2$  (50 %) і  $\text{NaCl}$  (50 %) для температурного інтервалу від  $750\text{ }^\circ\text{C}$  до  $900\text{ }^\circ\text{C}$ .

Суміші з нітритів та нітратів калію і натрію використовувати для рідкосольових бань не рекомендують через небезпеку миттєвого займання і вибуху в результаті перегрівання та потрапляння органічних речовин. Скляну посудину не можна відразу поміщати в рідкий розплав солей через небезпеку її руйнування. Щоб цього не трапилося, нагрівають тверду суміш солей і одночасно в ній проплавляють поглиблення, у яке й поміщають посудину. Через це поглиблення рідкий сплав, що утворюється на дні бані, зможе, омиваючи посудину, впливати на поверхню твердої маси. Поглиблення проплавляють герметичним електронагрівником, здатним розвивати необхідну температуру. По закінченні роботи посудину

негайно видаляють із рідкого розплаву і тільки після цього відключають нагрівання бані.

*Рідкометалеві бані* застосовують у тих випадках, коли потрібна сталість високої температури і нагрівання невеликих посудин (табл. 8.1). Висока теплопровідність рідких металів і їхніх сплавів дозволяє автоматично регулювати температуру в зоні нагрівання посудини з точністю  $\pm 0,01$  °C без якого-небудь перемішування розплаву. Щоб попередити налипання металу до скла, стінки посудини покривають графітом і зішкрябають метал сталевією пластинкою із ще гарячої посудини, а потім витирають її насухо вовняною тканиною або шматочком сукна. Недолік таких бань – висока густина розплавів, що викликає виштовхування посудини з її середовища, і окиснюваність поверхні розплаву на повітрі. Крім того, метали за високих температур починають випаровуватися, а пара деяких з них (свинець, кадмій) сильно отруйна.

*Піскові і криптолові бані* містять як теплоносій або сухий дрібнозернистий пісок, або вугільну крихту з розміром частинок до 3,0 мм (криптол). Такі бані мають електричний або газовий обігрів. Вони значно

Таблиця 8.1. Теплоносії рідкометалевих бань [25]

Речовина	Склад	Температура плавлення, °C	Температура кипіння, °C	Область застосування, °C
Вісмут	Bi	271,4	1564	від 280 до 350
Олово	Sn	231,9	2620	від 250 до 400
Свинець	Pb	237,4	1745	від 250 до 400
Сплав Вуда	Bi (50%), Pb (25%), Sn (12,5%), Cd (12,5%)	65,5	765	від 70 до 300
Сплав Ліповіца	Bi (50%), Pb (26,7%), Sn (13,3%), Cd (10%)	70,0	-	від 70 до 300
Сплав Ньютона	Bi (56%), Pb (44%)	125	-	від 140 до 300
Сплав Розе	Bi (50%), Pb (25%), Sn (25%)	93,7	-	від 100 до 300

безпечніше за масляні бані і дозволяють піднімати температуру нагрівання посудин до майже 800 °С (у криптолових банях можна розвивати температуру до 1500 °С, якщо створити інертну атмосферу). Перед застосуванням у металеву баню насипають пісок або криптол шаром близько 3 см, ставлять посудину, яка підлягає нагріванню, а потім ще додають пісок або криптол, розташовуючи їх навколо нагріваного предмета (рис. 8.2). Поруч із ним поміщають термометр для контролю за температурою.



Рис. 8.2. Піскова баня.

Піскові бані, на відміну від криптолових, прогриваються нерівномірно, і для роботи з ними важко підтримувати більш-менш сталу температуру. Недолік криптолових бань – поступове вигорання вугільної крихти з утворенням CO і CO<sub>2</sub>; при цьому залишається зола, яка оплавляє керамічну футеровку бані і захисні чохла електронагрівників.

*Повітряні бані* – бані, у яких теплоносієм є повітря, що має найменшу теплопровідність серед всіх теплоносіїв, тому повітряну баню необхідно нагрівати до більш високих температур з інтенсивною циркуляцією гріючого повітря, щоб передати потрібне значення енергії

нагріваному об'єкту. Температуру в повітряних банях, як правило, регулюють, і використовують їх найчастіше для випарювання розчинів.

## 8.2. Газові пальники

Відомо багато типів газових пальників [6], [14], [21], але майже всі вони сконструйовані по типу *пальника Бунзена* (рис. 8.3, а): природний газ або пропан з газових балонів надходить по трубці 1 і змішується у внутрішній камері з повітрям, що поступає крізь отвори 6 та кількість якого регулюють гайкою 7. Газ згоряє в отворі пальника блакитним полум'ям. За недостачі повітря з'являється світне полум'я газу, яке коптить, більш "холодне", чим несвітлове.

*Пальник Теклю* (рис. 8.3, б) має регулювальний гвинт для збільшення або зменшення подачі газу в пальник і диск, що переміщається нагору й униз по нарізній трубці для регулювання припливу повітря в камеру.

Через неправильне співвідношення між кількостями газу і повітря, коли приплив газу занадто малий, горіння може поширитися усередину пальника ("проскакування полум'я"). Це дуже небезпечне явище: пальник сильно розігрівається, гумова трубка підведення газу плавиться і запалюється, створюється погроза пожежі в лабораторії. У цьому випадку варто негайно припинити подачу газу в пальник. Проскакування полум'я означає, що швидкість його поширення в газоповітряній суміші стала більше швидкості руху самої суміші через вихідний отвір пальника. Швидкість поширення полум'я в газоповітряній суміші значно зростає з підвищенням температури, тому нерідко спостерігається проскакування полум'я в добре відрегульованого пальника після довгої його роботи в гарячому просторі, наприклад, у повітряних банях або через обгортання пальника з усіх боків азбестовим аркушем.

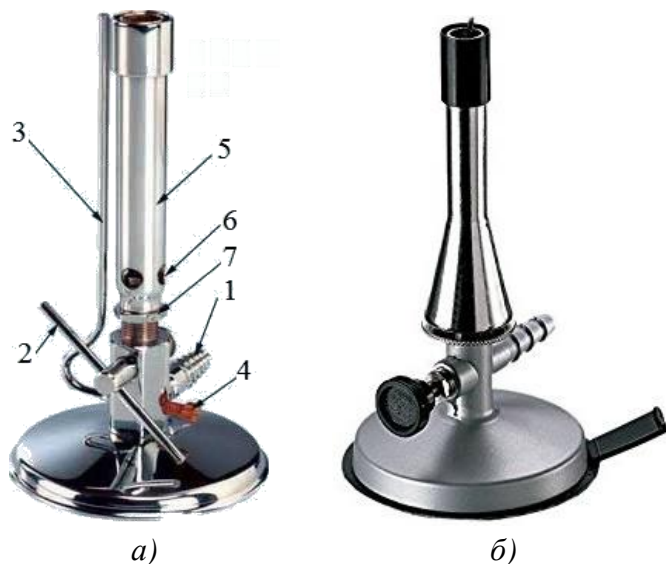


Рис. 8.3. Пальник Бунзена а) та Теклю б):  
 1 – штуцер подачі газу; 2 – руків'я запірного крану; 3 – пальник запальний; 4 – гвинт регулювальний; 5 – трубка основного полум'я; 6 – отвір подачі повітря (інжектор); 7 – гайка регулювання подачі повітря.

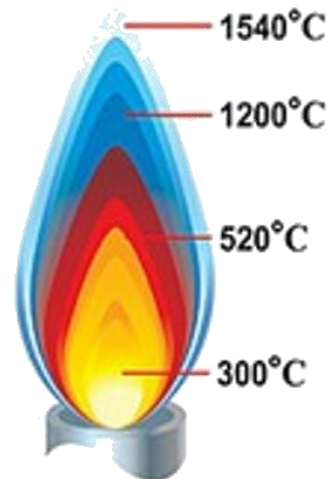


Рис. 8.4. Розподіл температурних зон по висоті полум'я пальника.

Полум'я газового пальника має кілька температурних зон: від 300 °С до 1540 °С (рис. 8.4). У нижній частині полум'я від 300 °С до 520 °С відбувається неповне згоряння газу (відновна зона). У верхній частині полум'я досягається найбільш висока температура (окисна зона), і тому обігріваний предмет не слід глибоко опускати в полум'я пальника, нагрівати його треба у верхній третині полум'я.

Для захисту полум'я від руху повітря рекомендують надягати на верхню частину трубки пальника бляшаний або азбестовий конічний ковпачок. Перед запалюванням пальника варто спочатку відкрити газовий кран, а потім, почекавши 2–3 с, поки газ витисне повітря зі шлангу й внутрішньої порожнини пальника, запалити і відразу ж відрегулювати доступ у нього повітря до одержання несвітлового полум'я.



### 8.3. Рідинні пальники і тверде пальне

У рідинних пальниках, використовуваних у цей час в лабораторіях, основним паливом є етанол  $C_2H_5OH$ , тому їх часто називають "спиртівками". Етанол, а також метанол, дають в процесі згоряння блідо-голубе, майже не світне, полум'я з відносно низькою температурою порядку від  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

У спиртівок повинен бути добре притертий ковпачок, що запобігає випарюванню спирту з непрацюючих пальників. Гніт готують із некручених бавовняних ниток (гніт з вати або марлі дає погане полум'я).



Рис. 8.5. Пальники з рідким паливом (спиртівки).

Для усунення коливань полум'я на голівку "спиртівки" надягають циліндр із металевої сітки, верхній зріз якого повинен перебувати на рівні  $2/3$  висоти полум'я. Полум'я, захищене такою сіткою, майже не коливається і нагріває посудину набагато швидше та більш рівномірно. Для гасіння спиртівки не слід дути на полум'я, а треба прикрити його ковпачком.

Якщо в наявності немає газу та спирту, застосовують "сухий" або "твердий" спирт, який являє собою суміш уротропіну з невеликою кількістю парафіну. Це пальне дає жовтувато-блакитне полум'я, майже не залишаючи золи після згоряння. Для використання таблетки сухого спирту кладуть на керамічну плитку, залізну пластинку або аркуш азбесту.

#### 8.4. Інфрачервоні випромінювачі

Електричні інфрачервоні випромінювачі (ІЧ-випромінювачі) – джерела теплової радіації, у яких електрична або тепла енергія перетворюється у світлову з довжиною хвилі від 0,8 мкм до 15 мкм (рис. 8.6). Для упарювання розчинів і висушування порошків застосовують трубчасті електричні ІЧ-випромінювачі, часто розташовувані у відбивних чашах з непрозорого кварцу або вогнетривкої кераміки. Кварцова трубка містить ніхромову або вольфрамову спіраль, навиту на тонкий кварцовий стрижень. Через пропускання струму спіраль розжарюється до майже 1200 °С та випромінює тепловий потік енергії з максимумом в області від 2 мкм до 3 мкм.



а)

б)

в)

Рис. 8.6. Електричні а) та газові б) інфрачервоні нагрівачі. Різні форми ІЧ нагрівачів в).

Лампові ІЧ-випромінювачі містять вольфрамову нитку розжарювання, покриту карбідом танталу для збільшення частки випромінювання в ІЧ-області спектру. Внутрішня поверхня скляної колби лампи вкрита плівкою алюмінію для відбиття теплового випромінювання і концентрування його в потрібному напрямку, через ребристий розсіювач. Максимум випромінювання таких ламп припадає на область 1,2–1,3 мкм.

Теплові ІЧ-випромінювачі дозволяють здійснювати швидкий перенос енергії у формі теплоти до нагріваного об'єкту. Застосовують ІЧ-випромінювачі для випарювання розчинів, висушування порошкоподібних речовин і плівкових покриттів. Ступінь нагрівання об'єкта за допомогою ІЧ-випромінювачів може коливатися від 40 °С до 200 °С. Швидкість випаровування рідкої фази регулюють, змінюючи потужність ІЧ-випромінювача і відстань його від нагріваної поверхні речовини або розчину.

Поглинання ІЧ-випромінювання поверхнею залежить від її забарвлення і падає в ряду: чорне > синє > зелене > жовте > біле. Чорні й сірі порошки за інших рівних умов висихають швидше за світлі. Пофарбовані поверхні приймають ІЧ-випромінювання на невелику глибину. З такої поверхні інтенсивно випаровується рідка фаза, тоді як інша частина речовини залишається менш нагрітою. Водні розчини і розчини безбарвних речовин в органічних розчинниках порівняно прозорі для ІЧ-випромінювання. Тому упарювати безбарвні розчини треба в посудинах із чорною внутрішньою поверхнею. У цьому випадку ІЧ-випромінювання проникає майже до дна посудини і нагріває його, а отже, і всю масу розчину. Дуже зручні ІЧ-випромінювачі для нагрівання важкодоступних частин лабораторних установок. Теплові промені проникають крізь скляні стінки до потрібного вузла і нагрівають його.

## 8.5. Електричні нагрівачі

*Електричні плитки* із закритим електронагрівальним елементом часто застосовують у хімічних лабораторіях (рис. 8.7, а). Верхня частина таких плиток, яка закриває дровий опір, повинна бути стійка до дії хімічних реагентів. Нею може бути плита або диск із кварцу, вогнетривкої кераміки, графіту, стеатиту (силікату магнію) і інших подібних матеріалів.

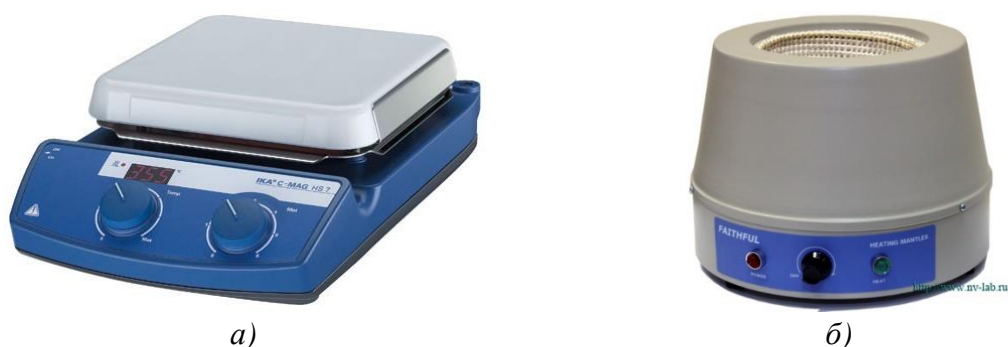


Рис. 8.7. Електричні лабораторні плитка а) та колбонагрівач б).

*Трубчасті електронагрівники* мають найрізноманітнішу конструкцію (рис. 8.8, а). Дровий опір у трубчастих електронагрівниках може мати форму простої спіралі з діаметром трохи меншим, чим внутрішній діаметр трубки. Іноді дровий опір вводять у трубку у формі подвійної або трикутної спіралі. Реакційні трубки часто нагрівають знімними електричними сорочками, виготовленими з азбесту (рис. 8.8, б). Такі сорочки витримують температуру, що не перевищує 500 °С. За більш високих температур розжарений дріт, стикаючись із оточуючим його азбестом, викликає його оплавлення, що, у свою чергу, руйнує метал дроту.

Для вибору дротового опору необхідно враховувати температурну межу нагрівання робочого простору. Температура дротового опору завжди буде вище цієї межі.

Для нагрівання круглodonних колб застосовують електричні колбонагрівники, які мають напівсферичне або конусоподібне поглиблення з термостійкої кераміки, під яким розташована ніхромова спіраль (рис. 8.7, б).

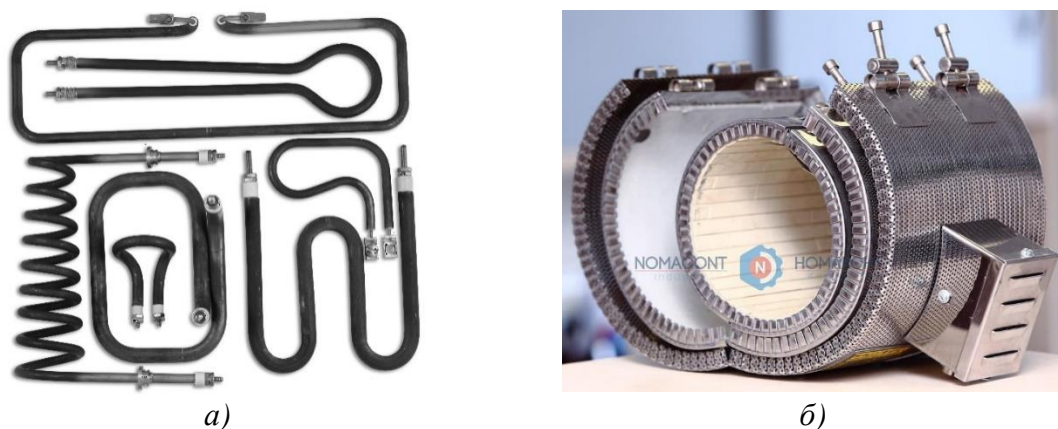


Рис. 8.8. Трубчасті електронагрівачі *а)* та зовнішня електрична сорочка *б)* виробництва фірми Nomacont Industry.

## 8.6. Електропечі

Електронагрівальні пристрої (печі електричного опору) із замкненим простором призначені для високотемпературної обробки різних речовин. З метою зменшення теплових втрат пристрої обладнують теплоізоляцією (футеровкою), а нагрівання в них відбувається в першу чергу тепловим випромінюванням. За своєю конструкцією такі муфельні печі поділяють на камерні, трубчасті, шахтні і криптолові [21].

*Камерні печі* (тип СНОЛ) – це електропечі з горизонтально розташованою камерою нагрівання (муфелем), виготовленою з

вогнетривкого матеріалу, який має достатню теплопровідність і стійкість до змін температури (рис. 8.9). На зовнішній поверхні муфеля розміщують електронагрівальний елемент у вигляді дротового або стрічкового опору, навколо якого розташована теплоізоляція. Контроль за температурою в муфелі здійснюють за допомогою термопари.

Усі теплоізолюючі матеріали за високих температур проводять електричний струм, але сталий струм викликає їхнє електрохімічне розкладання, що приводить до руйнування дротового опору. Тому для нагрівання муфельних печей застосовують майже завжди змінний струм. Крім того, за температур вище 1500 °С хімічна активність керамічних і теплоізоляційних матеріалів стає настільки значною, що вони починають реагувати один з одним і стають проникними для газів. Звичайно муфельні печі дозволяють розвивати температуру від 250 °С до 1150 °С з точністю її підтримки  $\pm 10$  °С.

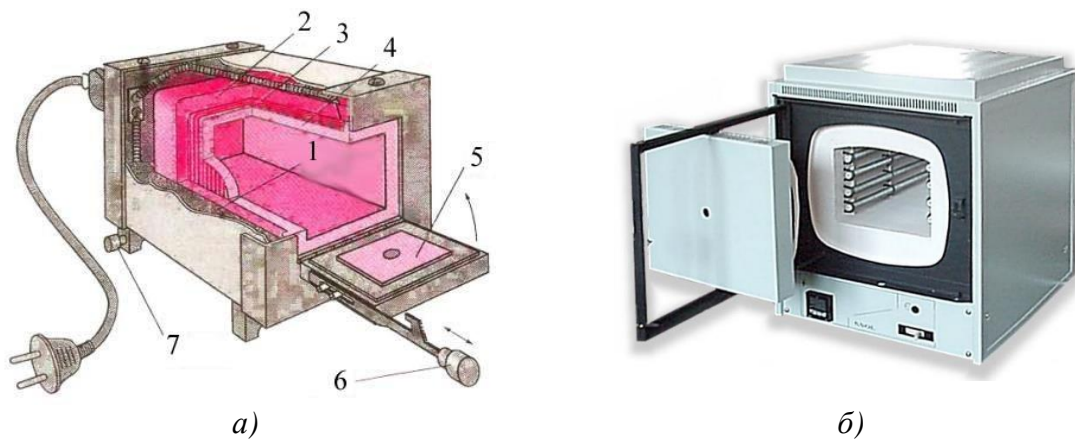


Рис. 8.9. Будова а) та загальний вигляд б) камерної печі: 1 – азбестова крихта; 2 – обмазка; 3 – обмотка; 4 – муфель; 5 – керамічний вкладиш; 6 – заслінка дверцят; 7 – клемма заземлення.

*Трубчасті печі* (тип СУОЛ) являють собою відкриті із двох кінців керамічні або кварцові труби, на які намотаний дротовий опір (рис. 8.10, а). Трубчасті печі можуть бути горизонтальними,

вертикальними і похилими. Є печі, які можна повертати та встановлювати під потрібним кутом. Невеликі трубчасті печі роблять рознімними, двостулковими. Вони потрібні для проведення деяких аналітичних робіт. Трубчасті печі розраховані на температуру усередині робочої камери до 1250 °С. Чим довша труба і чим менше її діаметр, тим більше зона рівномірного нагрівання. Піч із широкою і короткою трубою має значну різницю температур між серединою та кінцями труби.

Температуру трубчастої печі регулюють за показниками термопари або термометра опору, розміщеними або безпосередньо усередині трубки, або під електронагрівником, ближче до центра трубки. Температура в трубчастих печах неоднакова по всій довжині трубок, тому нагріваний об'єкт треба поміщати поблизу датчика температури.



Рис. 8.10. Трубчаста а) та шахтна б) електричні печі.

*Шахтні печі* (тип СШОЛ) мають вертикальне розташування керамічного циліндричного муфеля зі знімною керамічною кришкою (рис. 8.10, б). Високотемпературні шахтні печі роблять каскадними із двома нагрівачами – зовнішнім і внутрішнім. У шахтній печі з молібденовим дрововим опором можна розвивати температуру до 1500 °С. *Тигельні лабораторні печі* відрізняються від шахтних своїми розмірами та потужністю.

*Криптолова піч* містить як нагрівач криптол (вугільні зерна). Коли пропускають струм по графітових електродах, то між окремими зернами вугілля виникає електрична дуга (рис. 8.11). Виділення енергії у вигляді теплоти відбувається також через великий опір у місцях контакту зерен.

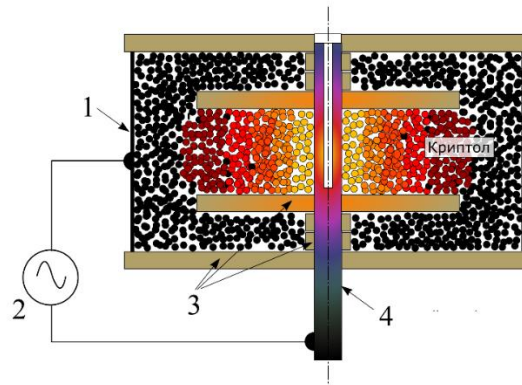


Рис. 8.11. Криптолова піч: 1 – зовнішній сталевий електрод; 2 – джерело живлення; 3 – керамічні вкладиші; 4 – внутрішній графітовий електрод.

## 8.7. Сушильні шафи

Сушильні шафи – теплоізовані металеві камери круглої або прямокутної форми з полками і герметичними дверцятами (рис. 8.12). Шафи застосовують для видалення рідкої фази з порошкоподібних речовин або зі стінок вимитого посуду. Температуру усередині шафи можна змінювати від 50 °С до 350 °С з точністю  $\pm 5$  °С. Сушильні шафи принципово не відрізняються від повітряних термостатів. Майже всі сушильні шафи мають електричний обігрів і обладнані стрижневими терморегуляторами. Підведення зовнішнього повітря і видалення продуктів випаровування відбувається через спеціальні отвори з регулюючими заслінками. Для прискорення процесу сушіння і зниження його температури застосовують вакуум-сушильні шафи, що дозволяють підтримувати в робочій камері вакуум до 600 Па.





а)



б)

Рис. 8.12. Електричні сушильна а) та вакуум-сушильна б) шафи.

### 8.8. Засоби і пристрої для охолодження

Звичайний прийом охолодження речовини – це занурення його разом з посудиною в чашу з охолодною сумішшю. Якщо посудина не велика, її поміщають в охолодну суміш, що знаходиться в посудині Дьюара, у якій низька температура підтримується більш тривалий час (рис. 8.13). Посудина Дьюара являє собою двостінну посудину, в якій простір між стінками вакуумований.



а)



б)

Рис. 8.13. Посудини Дьюара: а) лабораторні циліндричні ємності; б) посудина для транспортування з сифоном.

Найчастіше для отримання низьких температур використовують рідкий азот (температура кипіння мінус 195,8 °С). Проте недоліком азоту є його швидке випаровування. Низькотемпературні суміші з використанням рідкого азоту отримують, вливаючи його органічний розчинник з перемішуванням до утворення в'язкої суміші (табл. 8.2).

Таблиця 8.2. Температура суміші рідкого азоту з органічними розчинниками [25]

Розчинник	Температура суміші, °С	Розчинник	Температура суміші, °С
2-Метилбутан $\text{CH}(\text{CH}_3)\text{C}_2\text{H}_5$	-160	Трихлорметан $\text{CHCl}_3$	-63
Пентан $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$	-131	<i>m</i> -Ксилол $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$	-50
Етилбромід $\text{C}_2\text{H}_5\text{Br}$	-119	Хлорбензол $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$	-45
Метанол $\text{CH}_3\text{OH}$	-98	Ацетонітрил $\text{CH}_3\text{CN}$	-41
<i>n</i> -Гептан $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}_3$	-91	Бромбензол $\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$	-30
Етилацетат $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$	-84	Тетрахлоретан $\text{C}_2\text{Cl}_4$	-22
<i>n</i> -Бутилацетат $\text{COO}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$	-77		

Температуру близько 0 °С одержують із використанням крижаної суміші. Водні розчини і реакційні суміші, для яких допускається невелике розведення водою, охолоджують до 0 °С, додаючи шматочки чистого льоду, отриманого з дистильованої води.

Коли необхідно охолодити речовину або реакційну суміш нижче 0 °С. застосовують охолодні суміші, що складаються з льоду і солей (тонкі шари льоду і солі кладуть поперемінно один на одного).

Охолоджувати посудини з речовиною до температур від -80 °С до -60 °С можна за допомогою твердого діоксиду вуглецю  $\text{CO}_2$  («сухий лід»). Сам "сухий лід" охолоджує погано, тому що утворений газоподібний  $\text{CO}_2$  ізолює холодоагент від безпосереднього контакту з охолоджуваною посудиною; крім того, шматки твердого  $\text{CO}_2$  швидко обволікаються шаром льоду через конденсацію вологи повітря. Тому для охолодження

використовують суміш здрібненого твердого CO<sub>2</sub> з безводним органічним розчинником.

### **Завдання для самоконтролю до розділу 8**

1. Опишіть типи пристроїв для здійснення процесів нагрівання в лабораторії.
2. Опишіть принцип дії бань з рідинним теплоносієм та правила роботи з ними.
3. Опишіть принцип дії бань з рідкосольовим теплоносієм та правила роботи з ними.
4. Опишіть принцип дії бань з рідкометалевим теплоносієм та правила роботи з ними.
5. Опишіть принцип дії бань з газоподібним теплоносієм та правила роботи з ними.
6. Опишіть принцип дії бань з твердим теплоносієм та правила роботи з ними.
7. Опишіть принцип дії нагрівачів, які працюють на пальному, та правила роботи з ними.
8. Опишіть принцип дії нагрівачів теплового випромінювання та правила роботи з ними.
9. Опишіть будову та принцип дії електropечей різної конструкції.
10. Опишіть будову та принцип дії сушильних шаф різної конструкції.
11. Опишіть засоби і пристрої для охолодження в лабораторії.

## **РОЗДІЛ 9.**

### **РОБОТА З ТВЕРДИМИ РЕЧОВИНАМИ**

Тверді речовини перед їхнім використанням у синтезі і аналізі подрібнюють, висушують, просівають і змішують. Якщо необхідно, проводять сублімацію або термічне розкладання, визначають температуру плавлення та термічного розкладання.

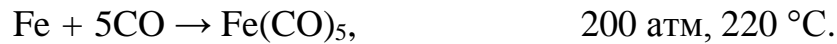
#### **9.1. Здрібнювання**

В хімічних операціях звичайно прагнуть працювати з речовинами, які мають найбільшу поверхню. Швидкість розчинення тим вище, чим менше частинки розчинюваної речовини. Швидкість гетерогенних реакцій також зростає зі збільшенням поверхні твердої фази. Вирішальне значення має розмір часток в операціях по розділенню речовин, заснованих на дифузії розчинених речовин з розчину у тверду фазу, яка виділяється з газоподібної або рідкої фаз.

##### **9.1.1. Хімічне здрібнювання**

*Хімічне здрібнювання* речовини пов'язане із проведенням цілеспрямованого синтезу і наступного термічного розкладання або відновлення отриманої речовини до дисперсного продукту реакції. Для одержання деяких високодисперсних порошкоподібних металів їхні звичайні порошки спочатку перетворюють у карбоніли, форміати або оксалати, які потім піддають термічному розкладанню. Наприклад,

особливо чистий порошок заліза з розміром частинок близько 1 мкм одержують обробкою монооксидом карбону за підвищеного тиску:

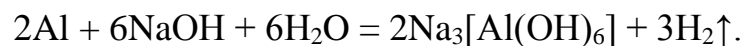


Утворений карбонільний комплекс є летким, і його розкладають за атмосферного тиску з утворенням особливо чистого металу:



Подібним способом можливо отримати і інші метали – нікель, кобальт, хром, молібден, манган, вольфрам, реній.

Дрібнодисперсний нікель (нікель Ренея – каталізатор у синтезі органічних сполук) отримують обробкою сплаву нікелю з алюмінієм 35 %-ним водним розчином лугу NaOH:



У результаті цієї реакції нікель залишається у вигляді частинок розміром до 0,4 мкм. Подібна технологія застосовується для отримання каталітично активних порошків кобальту, міді, заліза.

Найбільш поширений спосіб отримання тонких порошків оксидів металів – термічне розкладання ацетатів, карбонатів, нітратів металів.

### 9.1.2. Механічне здрібнювання

Тверді речовини подрібнюють механічними або хімічними способами. *Механічне здрібнювання* здійснюють або вручну, або за

допомогою різних малогабаритних млинів і дробарок. Невелику кількість речовин подрібнюють *ручним здрібнюванням* у сталевих, порцелянових і агатових ступках (п. 4.1, рис. 4.13). Однак в процесі розтирання речовини можливо її окиснення киснем повітря через руйнування і видалення постійно утвореної захисної плівки на його частинках. Крім того, зі зменшенням розмірів утворених частинок зростає їхня здатність до адсорбції вологи і газоподібних домішок з повітря. Тому здрібнювання речовин, які мають підвищену схильність до окиснення і адсорбції газів та аерозолів, бажано проводити в сухих камерах в інертній та зневодненій атмосфері. Суха камера може бути виготовлена із прозорого поліетилену або органічного скла (рис. 9.1).



Рис. 9.1. Акриловий герметичний бокс з камерою завантаження.

У камеру з органічного скла можна вносити по ходу роботи практично без порушення газового режиму невеликі предмети. Для цієї мети служить форкамера із внутрішніми та зовнішніми герметичними дверцятами. Прилади і посуд великого розміру ставлять у камеру перед експериментом, знявши верхню кришку, яка має гумову прокладку і гвинтові затиски. Всі маніпуляції усередині камери проводять за

допомогою гумових рукавичок, що надягають на руки і закріплених на вікнах. Трубки служать для введення та видалення газів.

*Механізоване* механічне здрібнювання в атмосфері повітря проводять переважно в кульових і стрижневих млинах, дискових стирачах, вібраційних, кульових млинах, а для особливих робіт – у колоїдних млинах.

*Лабораторний кульовий млин* являє собою циліндричну посудину із кришкою, що закріплена затиском (рис. 9.2). Приблизно на 50 % об'єму посудина заповнена порцеляновими або сталевими кулями, розмір яких визначає тонкість здрібнювання. Чим крупніше шматки подрібнюваної речовини, тим більш великими кулями необхідно завантажувати млин, але тим крупніше будуть частинки здрібненої речовини. Досвід показує, що краще здрібнювання досягається застосуванням куль різного розміру. Порцеляновий циліндр приводиться в рух двома обертовими гумовими валками. В процесі обертання барабана внаслідок тертя між його стінкою і кулями останні піднімаються в напрямку обертання доти, поки кут підйому не перевищить кут природного укосу, після чого кулі почнуть падати вниз. Падаючи, вони подрібнюють речовину ударом, при цьому одночасно буде відбуватися стирання речовини.

Швидкість обертання барабана не може бути надто великою. За деякої швидкості настає момент, коли відцентрова сила стане настільки значною, що кулі зовсім не будуть падати, а будуть обертатися разом з барабаном і здрібнювання припиниться. Найбільша висота падіння куль і найбільша ефективність здрібнювання досягаються тоді, коли кількість обертів млина за хвилину приймають рівним 75 % від критичного значення:



Рис. 9.2. Лабораторний кульовий млин: а) корпус млина та робочі тіла тертя; б) вигляд млина зсередини; в) вертикальний млин; г) горизонтальний млин.

$$n = 32 / \sqrt{D},$$

де  $D$  – діаметр барабана, м.

Здрібнену речовину відокремлюють від куль на ситах. Більшу фракцію знову завантажують у млин.

*Стрижневі млини* конструктивно подібні кульовим, але наповнені металевими стрижнями з азотованої сталі. Стрижневі млини забезпечують більшу однорідність здрібненої речовини (табл. 9.1).

*Вібраційні кульові млини* застосовують для одержання тонкого помелу. Зменшення розмірів часток в процесі здрібнювання в рідкому



середовищі пов'язане з ефектом Ребіндера – зменшенням міцності твердих часток у результаті адсорбції молекул рідини на мікротріщинах, що виходять на поверхню частинок. Адсорбція знижує значення поверхневої енергії, зменшує енерговитрати на розвиток тріщин і перешкоджає їхньому змиканню. Під впливом адсорбції молекул рідини міцність частинок речовини може бути знижена на майже 50 %. У вібромлінів корпус приводиться в круговий коливальний рух. Кулі млина в цьому випадку мають не тільки ударно-стиральну дію, але й одержують додаткову кінетичну енергію від ударів стінок корпуса млина. Частота коливань обертового барабана близько 3000 коливань/хв, а амплітуда коливального руху до 1,0 мм. Природно, що число перемелюючих ударів куль об частинки речовини незрівнянно вище, ніж у звичайних кульових млинах. Матеріал корпуса і куль – ударостійкі леговані сталі, стійкі до стирання, як і у стрижневих млинів.

*Таблиця 9.1. Ефективність помелу різними методами [3], [21], [25]*

<b>Тип млина</b>	<b>Середній розмір частинок подрібненого матеріалу, мм</b>
Кульовий	від 0,5 до 0,005
Стрижньовий	від 0,1 до 0,2
Вібраційний сухого помелу	від 0,1 до 0,001
Вібраційний мокрого помелу	від 0,05 до 0,0001
Колоїдний	від 0,1 до 0,0001

*Колоїдні млини* дозволяють одержувати (після попереднього здрібнювання речовини в одному з перерахованих вище млинів) частинки, що наближаються по розмірах до колоїдних частинок. Подрібнення відбувається за сполучення одночасної дії тертям та ударом (рис. 9.3). Здрібнювання в колоїдних млинах роблять найчастіше в рідкому середовищі.

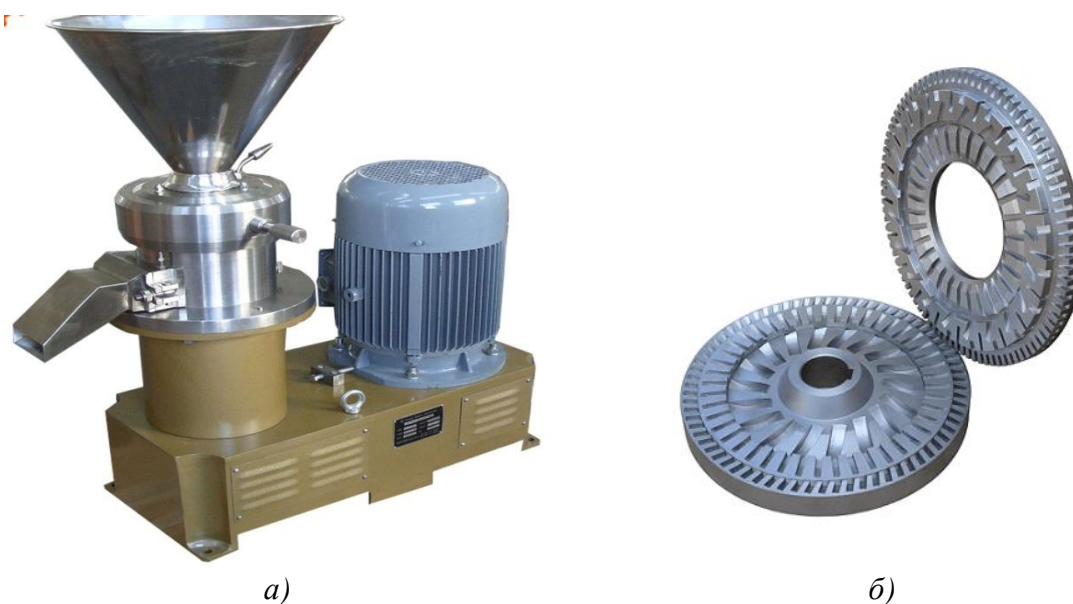


Рис. 9.3. Колоїдний лабораторний млин а) та робоче стираюче тіло б).

Всі види механічного здрібнювання мають загальний недолік: вони приводять до забруднення диспергованої речовини матеріалом робочих тіл, які б міцні вони не були. Це особливо важливо для отримання особливо чистих речовин. Крім того, механічний вплив на частинки призводить до зміни їхньої кристалічної структури, якщо вона не відрізняється високою стабільністю в інтервалі температур і тисків, які розвиваються.

## 9.2. Висушування і прожарювання порошків

Під висушуванням твердих речовин розуміють видалення з них рідкої фази, найчастіше води. Тривалість висушування залежить від кількості речовини, її дисперсності, товщини шару, парціального тиску пари рідкої фази, яку видаляють, в оточуючому речовину середовищі. Чим тонше шар речовини, менше розміри її частинок і менше парціальний тиск

пари над видаленою рідиною, тим швидше йде висушування за тої самої температури.

Перш ніж приступити до висушування порошку, рідку фазу видаляють можливо більш повно механічним шляхом, наприклад, ретельним відсмоктуванням на фільтрі, пресуванням, центрифугуванням та іншими операціями. Цим не тільки скорочується час сушіння, але нерідко підвищується чистота речовини.

Висушування проводять, витримуючи речовину на повітрі, пропускаючи сухе повітря або сухий інертний газ крізь шар речовини. Видалення домішок води здійснюють нагріванням порошоків у сушильній шафі або під інфрачервоною лампою, витримуванням їх в ексикаторі над висушуючим реагентом.

Найбільш ефективним *висушуючим агентом*, застосовуваним в ексикаторах, є декаоксид тетрафосфору  $P_4O_{10}$  (табл. 9.2), але він дуже незручний у використанні. Поглинаючи вологу в результаті реакції



$P_4O_{10}$  перетворюється в клейку масу метафосфатної кислоти. Тому перед поміщенням  $P_4O_{10}$  в ексикатор його наносять на скляну або азбестову вату і шматочки пемзи.

Таблиця 9.2. Ефективність висушуючих речовин (20 °С,  $P = 101,3$  кПа) [25]

Осушувач	$C(H_2O)$ , мг/дм <sup>3</sup>	Тиск водяної пари, Па	Осушувач	$C(H_2O)$ , мг/дм <sup>3</sup>	Тиск водяної пари, Па
$P_4O_{10}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$CaSO_4$	$4 \cdot 10^{-3}$	0,50
$Mg(ClO_4)_2$	$5 \cdot 10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-2}$	$CaCl_2$	0,14	19,0
КОН (плавл.)	$2 \cdot 10^{-3}$	0,40	CaO	0,20	27,0
$H_2SO_4$ (98 %)	$3 \cdot 10^{-3}$	0,40	$H_2SO_4$ (60 %)	0,30	40,0

Перхлорат магнію  $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$  (ангідрон) за ефективністю висушування не поступається  $\text{P}_4\text{O}_{10}$ , але більше зручний в роботі. Зерна  $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$  з поглинанням пари води не злипаються. Цей реагент може поглинати воду в кількості до 60 % від своєї маси. Утворений тригідрат  $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  за осушувальною дією можна порівняти з концентрованою  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Варто відзначити, що  $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$  поглинає також пару етанолу і ацетону. Регенерувати осушувач у цьому випадку не можна, тому що за нагрівання легко відбувається вибух. Зволожений же  $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$  можна знову повернути в робочий стан нагріванням у вакуумі до 220 °С. Тригідрат в процесі видалення води плавиться за 145 °С, безводна сіль під нагріванням не утворює рідкої фази і за температури вище 250 °С розкладається.

Сульфатну кислоту поміщають в ексікатор тільки в чашках із плоским дном, наповнених пемзою, сухим безбарвним піском або обрізками невеликих скляних трубок, щоб уникнути розплескування кислоти. Чашку з кислотою міняють, коли кислота потемніє, стане коричневою, через потрапляння з повітря домішок органічного походження. Кислоту не можна застосовувати у вакуум-ексікаторах, тому що її пара насичує повітря. З цієї ж причини сульфатною кислотою не користуються для висушування речовин, з якими вона може взаємодіяти.

Хлорид кальцію  $\text{CaCl}_2$  – осушувач середньої ефективності. Його застосовують у вигляді порошку або шматків. Це осушувач багаторазового використання: відпрацьований реагент достатньо прожарити і відсіяти дрібні частки, і він знову готовий до вживання. Однак в процесі прожарювання  $\text{CaCl}_2$  збагачується домішкою  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , а після плавлення її вміст досягає 1,0 %. Хлорид кальцію – швидко діючий осушувач, здатний поглинати до 97 % води в розрахунку на суху масу. З подальшим поглинанням вологи реагент розпливається.

Як осушувачі в ексикаторах застосовують такі адсорбенти, як силікагель  $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  і алюмогель  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ . Контроль за ступенем зволоженості поглинача проводять, додаючи до нього зневоднений  $\text{CoCl}_2$ , що має синій колір. Дигідрат хлориду кобальту має фіолетове забарвлення, тетрагідрат – червоне, а гексагідрат – рожеве. Зволожений осушувач в подальшому регенерують нагріванням алюмогелю до  $175\text{ }^\circ\text{C}$ , а силікагелю – до  $200\text{ }^\circ\text{C}$ .

Для більш швидкого і повного висушування порошків за допомогою осушувачів застосовують вакуум-ексикатори, приєднуючи їх на короткий час до водоструминного насоса.

*Висушування речовини на відкритому повітрі* за звичайних умов проводять, розмістивши порошок тонким шаром на чистій скляній пластинці або пластинці з полімерного матеріалу. В ході висушування порошку на фільтрувальному папері легко забруднити його волокнами паперу. Товщина шару порошку, який висушують, не повинна перевищувати 1 см. Періодично речовину перемішують шпателем. Для захисту від пилу над порошком поміщають під кутом скляну пластинку. Отриману таким способом речовину називають повітряно-сухою. Воно має досить нерівномірний розподіл залишкової вологи по об'єму.

*Сушильні шафи* для видалення залишкової вологи з порошків застосовують досить часто, якщо останні не розкладаються і не плавляться за температури висушування. В процесі такого висушування на поверхні порошків, особливо дрібних, може утворитися щільна кірка, що значно знижує швидкість видалення рідкої фази. У цьому випадку рекомендують у процесі сушіння багаторазово виймати із сушильної шафи посудину з речовиною і перемішувати порошок шпателем або скляною паличкою. Речовини, які розкладаються в процесі нагрівання до  $100\text{ }^\circ\text{C}$ , висушують у вакуум-сушильних шафах.

*Інфрачервоні випромінювачі* дають потік енергії, що дозволяє вести сушіння порошків за більш низької температури, ніж у сушильних шафах, і з великою швидкістю. Спочатку після включення ІЧ-випромінювача в центр освітленого кола поміщають термометр і визначають температуру нагрівання поверхні. Піднімаючи і опускаючи випромінювач, створюють необхідну температуру і тільки потім у центр освітленого кола ставлять порцелянову або кварцову чашку з осушеною речовиною.

*Прожарювання* речовини – нагрівання до температури вище 500 °С з метою видалення летких речовин, озолення після попереднього спалювання органічних речовин, наприклад паперового фільтра, розкладання речовини, досягнення сталої маси і т.п. Прожарювання проводять у тиглях або човниках, в електричних, газових печах і на газових пальниках.

Прожарювання речовини здійснюють, поступово підвищуючи температуру, і щоб уникнути втрат, тиглі закривають кришкою. Якщо прожарювана речовина містить органічні компоненти, спочатку за слабого нагрівання спалюють органічну частину так, щоб не утворилося полум'я. Цю операцію проводять у відкритому тиглі, а після обвуглювання речовини закривають тигель кришкою. Після прожарювання в муфельній печі у випадку загоряння фільтра тигель витягають із муфеля і закривають кришкою. Тільки після зникнення полум'я його знову ставлять у муфель для продовження прожарювання. Після прожарювання тигель беруть щипцями і ставлять для охолодження на керамічну плитку, а потім ще нагрітий поміщають в ексікатор для остаточного охолодження. Від дотику холодних щипців глазур на стінках порцелянового тигля може розтріскуватися, тому кінці щипців, перш ніж брати ними розпечений тигель, бажано злегка нагріти в муфелі або в полум'ї пальника.

### 9.3. Просівання сухих порошоків

Просівання порошоків проводять для відділення найбільш великих або найбільш дрібних фракцій частинок від іншої маси. Просівання ведуть за допомогою металевих, пластмасових або тканинних сит з каліброваними отворами (рис. 9.4). Крупність (розмір) частинок виражають у міліметрах. Наприклад, крупність частинок 0,175 мм означає, що розмір частинок менше 0,175 мм. Звичайно номери дротових сит із квадратними отворами відповідають розміру сторони отвору (сито №0075 має бічну сторону квадратного отвору 0,075 мм).



а)



б)

Рис. 9.4. Набір сит для ситового аналізу а) та вібраційний ситовий аналізатор б).

Якщо необхідно розділити порошок речовини на декілька фракцій (виконати ситовий аналіз), то використовують вібраційний апарат з набором сит (рис. 9.4, б). Просів виражають у відсотках від загальної маси просіюваної речовини. Просів можна далі пропустити через сито з меншим діаметром отворів і одержати залежно від числа використаних сит набір фракцій частинок певного розміру. Речовина з розміром частинок менше 0,02 мм, як правило, не просівається. На ситах з розміром отвору 0,04 мм навіть дуже сухі порошки розмазуються і сильно прилипають. Тому

зворотну сторону таких сит увесь час очищають тонким пензликком. Тонкі дровові сита дуже чутливі до механічного та хімічного впливу багатьох твердих речовин. Тому після використання їх прополіскують чистою водою і висушують у сушильних шафах за температур не вище 105 °С.

#### 9.4. Сублімація

*Сублімацією* називають процес переходу твердої фази в газоподібний стан без плавлення, а *десублімацією* – процес кристалізації твердої фази з пари, минаючи рідкий стан. Сублімацію застосовують для додаткового очищення невеликих кількостей речовини від малолетких домішок або малолеткої речовини від легколетких домішок.

Для сублімації невеликої кількості речовини за атмосферного тиску її поміщують в порцелянову чашку і накривають фільтрувальним папером з дрібними отворами, виконаними голкою. Зверху поміщають перекинуту скляну лійку, носик якої щільно закривають ватним тампоном (рис. 9.5, а). Чашку обережно нагрівають. Пара речовини, яка сублімується, проходить крізь отвори на фільтрі і конденсується на внутрішніх стінках лійки. Перегородка з фільтрувального паперу захищає кристали чистого речовини від падіння в зону нагріву.

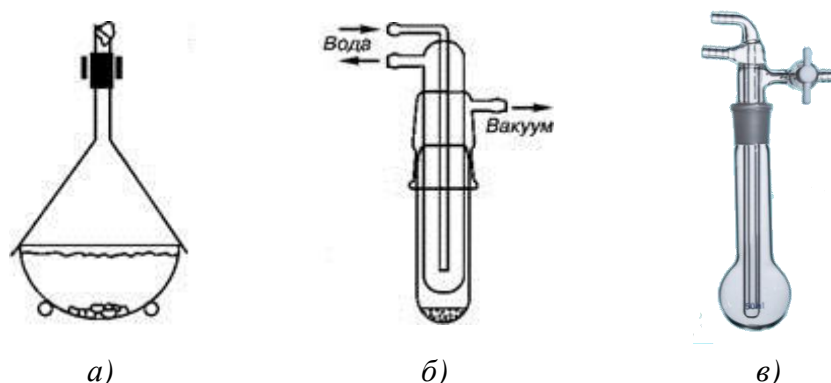


Рис. 9.5. Пристрої для сублімації: а) за атмосферного тиску; б) за зниженого тиску; в) лабораторний мікросубліматор.



Збільшити швидкість сублімації можливо з використанням зменшеного тиску (рис. 9.5, б). Пристрій складається з зовнішньої посудини, в яку поміщають сублімовану речовину, і внутрішньої посудини, в яку за допомогою сифона подають холодну воду для охолодження її поверхні. Для проведення сублімації зовнішню посудину через відвідну трубку підключають до вакуумного насоса, який забезпечує знижений тиск всередині посудини. Очищена речовина під дією нагрівання випаровується і конденсується на поверхні внутрішньої посудини. Необхідно враховувати, що сублімація відбувається тільки з поверхні речовини, і тому препарат треба дуже тонко подрібнювати. Підвищенням температури можна досягти більш високої швидкості сублімації, але при цьому утворюються дрібнокристалічні і в більшості випадків менш чисті кристали.

### **9.5. Визначення температури плавлення**

Температура плавлення речовини – це температура фазового переходу тверда фаза – розплав. Її визначають як під час плавлення речовини, так і за кристалізації розплаву.

Найбільш точним методом визначення температури плавлення є *метод термічного аналізу*, заснований на визначенні залежності температури речовини, яку нагрівають, від часу за суворо сталої швидкості нагрівання або охолодження. При цьому не потрібне безпосереднє спостереження за речовиною. Метод рівною мірою можна застосовувати для визначення як найбільш низьких, так і дуже високих температур плавлення. Метод полягає в побудові кривих нагрівання або охолодження в координатах "температура речовини – час" за даними візуального відліку температури або безпосереднього запису кривих на самореєструючих

приладах (пірометри, деріватографи та ін.). Рекомендується спочатку спостерігати за поведінкою досліджуваної речовини на кінчику шпателя в полум'ї газового пальника: чи не розкладається вона до плавлення, чи не вибухає, за якої приблизно температури плавиться.

В тому випадку, якщо температура плавлення речовини менше за 300 °С, застосовують *капілярний метод* (рис. 9.6). Для спостереження за температурою плавлення речовини застосовують сухі, чисті, тонкостінні капіляри із внутрішнім діаметром від 0,5 мм до 1,0 мм і довжиною до 80 мм. Відкритий кінець капіляра повинен мати трохи більший діаметр у вигляді невеликої лійки для введення досліджуваної речовини.

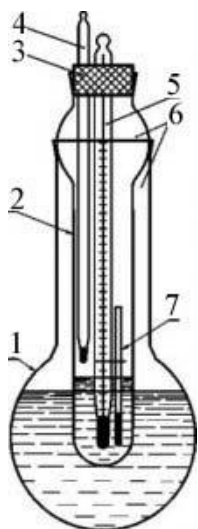


Рис. 9.6. Пристрій ПТОП для визначення температури плавлення капілярним методом: 1 – круглодонна колба; 2 – пробірка; 3 – корок; 4 – допоміжний термометр; 5 – термометр; 6 – отвори; 7 – капіляр з корком.

Для заповнення капіляра його відкритий кінець занурюють у тонкий порошок досліджуваної речовини, попередньо висушений, і, перевернувши капіляр відкритим кінцем нагору, постукуванням пальцем домагаються, щоб порошок, який потрапив у капіляр, змістився в нижню його частину, до заплавленого кінця. Трубку встановлюють вертикально на щільному картоні або шматку фторопласта. Висота стовпчика порошку в капілярі повинна бути близько 3 мм. Температури плавлення гігроскопічних і здатних до сублімації речовин, речовин, чутливих до дії повітря,

визначають у капілярах, запаяних із двох кінців, при цьому такий капіляр повинен бути весь занурений у гріючу рідину. Якщо речовина легко поглинає вологу з повітря в процесі заповнення капіляра, то треба заповнення проводити в сухій камері, або заповнений капіляр витримати якийсь час у вакуум-ексикаторі. Після висушування капіляр негайно запаюють у сухій камері. Заповнений капіляр щільно прикріплюють до термометра гумовим кільцем так, щоб стовпчик порошку в капілярі був біля центра ртутного резервуара термометра. Потім термометр із капіляром занурюють у колбу з нагрівальною рідиною. Довге горло колби запобігає розбризкуванню рідини і зменшує похибку у визначенні температури, тому що обігрівается і виступаючий з рідини стовпчик ртуті.

Як гріючу рідину застосовують для температур від 100 °С до 250 °С гліцерин і різні сорти мінеральних масел, а до 300 °С – силіконове масло [5]. Колба має місткість від 80 мл до 100 мл, а наповнюють її рідиною на 3/4 об'єму. Рідину нагрівають повільно, зі швидкістю до 5 град/хв, а поблизу температури плавлення порошку швидкість нагрівання зменшують до 1,0 град/хв для того, щоб була досягнута фазова рівновага "тверда фаза – розплав". Про наближення моменту розплавлювання речовини дізнаються по його усадці в капілярі, коли стовпчик речовини стискується, відстає від стінок капіляра. За усадкою слідує відпрівання – поява дрібних крапельок рідини усередині капіляра, а сама речовина начебто спікається; нарешті, у капілярі над частинками порошку утворюється меніск рідини. Температуру, за якої з'являється меніск рідини, і приймають за температуру плавлення речовини.

## 9.6. Визначення ступеня вологості

Існує багато методів визначення вмісту води в порошках: хімічні, термічні, спектроскопічні, методи ЯМР, радіоактивні і чисто фізичні.

*Метод висушування твердої фази в сушильній шафі* за атмосферного тиску і температурах до 120 °С – найбільш старий метод визначення вологи в порошках, що не втратив свого значення і у наш час. Аналізовану пробу витримують у шафі до припинення зміни її маси. У процесі висушування через шафу пропускають слабкий потік сухого повітря. Загальна втрата маси порошком за такого висушування відповідає кількості води. Недолік методу – можливість виділення з порошку інших летких сполук і продуктів його часткової або повної термічної дисоціації. Тому загальну втрату маси порошком не завжди можна приймати за міру вмісту в ньому вологи. Помилка може бути допущена також через поглинання вологи повітря вже висушеним порошком у процесі його переміщення із сушильної шафи в ексікатор і з ексікатора до терезів.

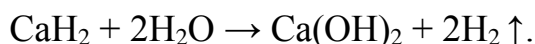
*Метод дистиляції* складається з операцій відгону води з порошку за допомогою органічної рідини і наступного розділення рідких фаз.

Звичайно використовують як переносники води органічні рідини, що утворюють із водою азеотропні суміші, які киплять за сталої температури, що відповідає даному тиску, і не змінюють у процесі перегонки свій склад. Азеотропна суміш поводить себе в процесі перегонки як індивідуальна речовина доти, поки не буде вичерпаний один із вхідних у її склад компонентів.

У більшості дистиляційних методів визначення води аналізований порошок диспергують у відносно великому об'ємі рідини. Потім отриману суспензію нагрівають до кипіння і конденсують пару, що утворилася, у

спеціальний градуйований приймач, у якій конденсат розділяється на воду і використану рідину, після чого вимірюють об'єм водної фази (рис. 9.7).

*Волюмометричний метод* визначення води в порошках заснований на їхній взаємодії з карбідом або гідридом кальцію:



Виділений газ збирають у градуйовану газову бюретку і по його об'єму встановлюють вміст води в порошку (рис. 9.8).

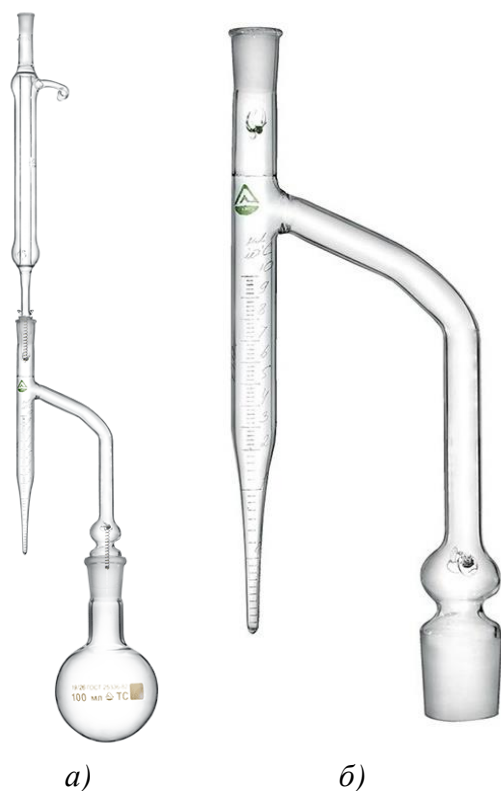


Рис. 9.7. Апарат а) та насадка АКОВ б) для визначення вологості дистиляційним методом.

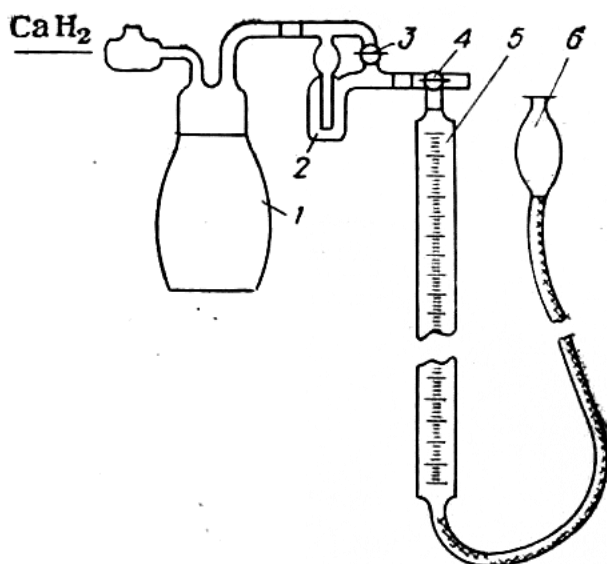


Рис. 9.8. Апарат для визначення вологості волюмометричним методом: 1 – реакційна колба із вводом  $\text{CaH}_2$ ; 2 – рідинний затвор; 3 – одноходовий кран; 4 – триходовий кран; 5 – бюретка; 6 – зрівнювальна склянка.

Волюмометричний метод дає кращі результати, ніж метод висушування порошку до сталої маси, тому що він дозволяє визначати тільки вміст води, а не всіх летких домішок.

### **Завдання для самоконтролю до розділу 9**

1. Обґрунтуйте призначення операції здрібнювання та назвіть основні способи здрібнювання твердих речовин.
2. Охарактеризуйте хімічне здрібнювання твердих речовин та наведіть приклади.
3. Опишіть основні типи пристроїв для механічного подрібнення твердих речовин.
4. Опишіть будову та принцип роботи лабораторного кульового млина.
5. Обґрунтуйте необхідність операції висушування твердих порошкоподібних речовин та опишіть основні способи висушування.
6. Опишіть висушування твердих речовин за допомогою різних видів осушувачів і наведіть методику роботи з ними.
7. Опишіть методи визначення температури плавлення твердих речовин.
8. Опишіть методи вимірювання ступеню вологості порошків.

## РОЗДІЛ 10.

### ОПЕРАЦІЇ З РІДКИМИ РЕЧОВИНАМИ

Рідкі речовини і їх водні та неводні розчини знаходять широке застосування в лабораторній практиці. Їх дозують, визначають витрату, транспортують, перемішують, переганяють, очищають тим або іншим способом, визначають їхню в'язкість, температуру кипіння та кристалізації, виконують інші операції. Для всього цього потрібні різноманітні пристрої.

#### 10.1. Регулювання витрати рідини

В процесі синтезу речовин часто виникає необхідність у суворому дозуванні рідкої фази. Розглянемо тільки найбільш прості способи дозування, для яких не потрібна складна електронна апаратура [25].

Для підтримки сталого рівня рідини в тій або іншій ємності і сталої швидкості її витікання застосовують *посудини Маріотта*. Наприклад, рівень випарюваного в чашці розчину підтримується сталим за допомогою капіляра 1, крізь який в посудину 2 надходить повітря ззовні (рис. 10.1). Як тільки рівень рідини в чашці понизиться нижче кінця капіляра 1, у склянку 2, що містить упарюваний розчин, почне через цю трубку надходити повітря, і сифон 3 переведе з неї частину розчину в чашку до початкового рівня. Після вирівнювання рівнів розчину в чашці і посудині 2 (по нижньому зрізу трубки 1) переміщення рідини припиниться, перестане надходити і повітря в посудину 2.

Посудина Маріюта дозволяє також підтримувати постійну швидкість витікання рідини під заданим гідростатичним тиском (рис. 10.2). Швидкість витікання регулюють за допомогою капіляра 2. Температура навколишнього середовища повинна бути при цьому сталою, тому що її зміна впливає на в'язкість рідини, як і атмосферний тиск над її поверхнею в посудині 3.

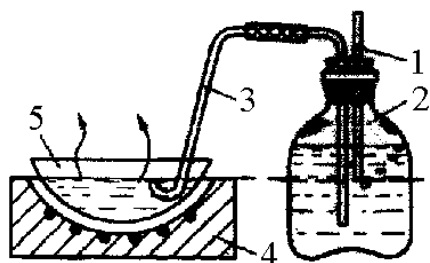


Рис. 10.1. Посудина Маріюта сталої рівня: 1 – капіляр; 2 – напірна ємність; 3 – сифон; 4 – нагрівач; 5 – випарна чаша.

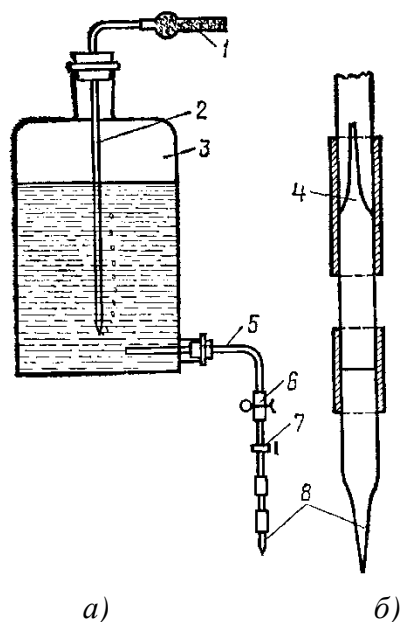


Рис. 10.2. Посудина Маріюта а) сталої швидкості стікання та капіляр б): 1 – хлоркальцієва трубка; 2 – капіляр; 3 – напірна ємність; 4 – верхній капіляр; 5 – зливна трубка; 6 – затиск; 7 – кран; 8 – нижній капіляр.

Для підтримки рівня рідини на постійній висоті в тій або іншій ємності застосовують досить прості конструкції. Поплавкові регулятори рівня можна виготовити в будь-якій хімічній лабораторії. Найбільш простий рівнемір (рис. 10.3) має порожню скляну кулю-поплавець 4 діаметром до 7 см і важіль-баласт 5 довжиною до 4 см. Поплавець з'єднаний важелем (скляний стрижень) із трубкою 1 за допомогою відрізка вакуумного гумового шланга 3, що має проріз 4, який доходить до внутрішньої порожнини шланга. Зі зниженням рівня рідини в зливальній



камері 6 поплавець опускається, його важіль згинає гумову трубку і відкриває проріз, через яку рідина знову наповнює камеру 6.

Відомо кілька простих пристроїв, що регулюють рівень рідини за допомогою поплавців, які є одночасно і клапанами (рис. 10.4). Поплавковий рівнемір з верхнім клапаном має еліпсоїдний пустотілий поплавець 4 з нижньою трубкою 5, у якій в нижній частині закріплено баласт 6. Угорі поплавець обладнаний коротким скляним стрижнем, який закінчується відшліфованою кулькою 3. Кулька за підйому рівня рідини в посудині 7 замикає трубку 1, що подає рідину і має пришліфоване сидло 2 для кульки. Поплавець повинен завжди втримуватися строго вертикально, навіть за повного його занурення в рідину. Якщо поплавець відхиляється від вертикального положення, то або подовжують трубку 5, або укорочують верхній стрижень із кулькою. Звичайні розміри скляного поплавця: діаметр від 2 см до 4 см, висота –  $2/3$  від значення діаметра, довжина трубки 5 близько 4 см, а довжина верхнього стрижня до 1,0 см.

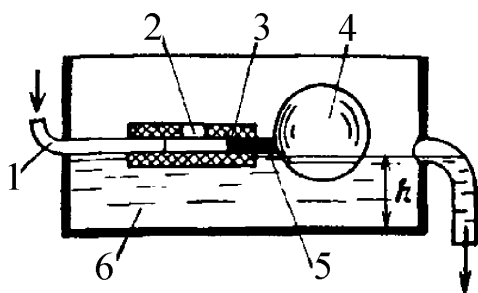


Рис. 10.3. Поплавковий регулятор рівня:  
1 – трубка подачі води; 2 – проріз у шлангу;  
3 – гумовий шланг; 4 – поплавець;  
5 – баласт; 6 – зливна камера.

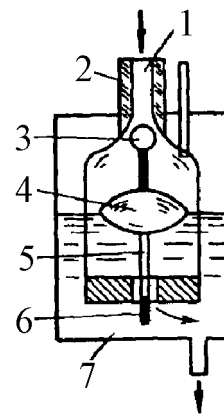


Рис. 10.4. Клапанний регулятор рівня:  
1 – трубка подачі води; 2 – трубка із  
сідельним пазом; 3 – кульковий клапан;  
4 – поплавець; 5 – нижня трубка;  
6 – баласт; 7 – зливна камера.

*Витрату рідини* (об'єм рідини, який проходить крізь заданий переріз труби за певний проміжок часу) вимірюють за допомогою *витратомірів*, одним з яких є *капілярний реометр* (рис. 10.5). Манометричною рідиною в ньому може бути сама рідина, витрата якої контролюється. Висоту повітряного стовпа над рівнем рідини регулюють краном 3. Висота повітряного стовпа не впливає на отримані значення витрати рідини, тому що остання визначається різницею рівнів рідини в колінах. Замість капіляра *I* у реометр можна вставити фільтруючу пластинку з пористого скла.

Капілярні реометри градуують, пропускаючи через них строго відміряні об'єми рідини в одиницю часу і реєструючи одночасно висоту її підйому в манометричній трубці. Значним недоліком таких витратомірів є чутливість до наявності навіть невеликих твердих включень у рідині, які можуть зіпсувати капіляр, та можливість застосування для визначення лише невеликих значень витрати через значну в'язкість рідини.

Значно більшого поширення як в лабораторії, так і промисловості набули *ротаметри* (рис. 10.6). Поплавець ротаметра може мати циліндричну, конічну, тарілчасту та дискову форму. Його роблять із поліпропілену або поліетилену, легкого і хімічно стійкого матеріалу. У верхній частині поплавця прорізають косі канавки, які викликають його обертання, що утримує поплавець у центрі потоку рідини і не дає йому торкатись стінок конусної трубки. Конічна трубка ротаметра виконується зі скла або хімічно стійкого полімеру.

За пропускання рідини крізь ротаметр поплавець захоплюється нагору її потоком, поки не встановиться рівновага між масою поплавця і динамічною дією потоку на площу самого широкого перетину поплавця. Відлік роблять по положенню верхньої поверхні поплавця. Для точних вимірювань витрати рідини ротаметр необхідно встановлювати суворо

вертикально, а рідина не повинна містити зважених часточок. Ротаметри градуують під певну рідину, з конкретною густиною, в'язкістю і температурою.

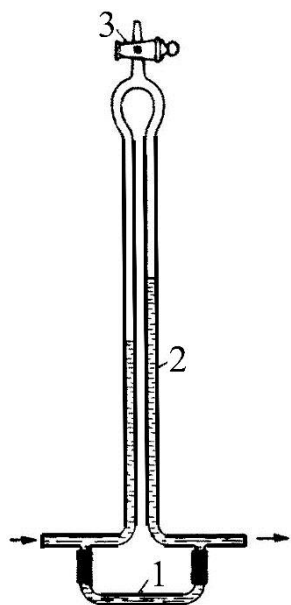


Рис. 10.5. Капілярний реометр:  
1 – капіляр; 2 – манометрична трубка; 3 – випускний кран.



Рис. 10.6. Ротаметри різних конструкцій.

## 10.2. Перекачування рідин

Перекачування рідини застосовують у лабораторних установках для їх безперервного або періодичного подавання під час синтезу речовин, для дозування отруйних і легкозаймистих рідин, для роботи з особливо чистими речовинами, для транспортування легко окисних на повітрі рідин. Для перекачування застосовують відцентрові, сільфонні та трубчасті насоси.

*Відцентровий насос* складається зі скляного або пластикового кожуха, щільно приєднаного до корпусу, в якому розташований електродвигун (рис. 10.7). Вісь ротора через фторопластовий ущільнювач

входить у кожух. На осі ротора в кожусі встановлено робоче колесо з лопатями, а сам кожух має дві приєднані трубки. Обертання робочого колеса спричиняє утворення відцентрової сили, яка викидає рідину через радіальну трубку. Біля осі утворюється розрідження, за рахунок чого через нижню осьову трубку затягуються нові порції рідини. Простота та ефективність відцентрових насосів спричинили їх широке розповсюдження для перекачування води, розчинів, нафти та інших рідин.



Рис. 10.7. Пластиковий відцентровий насос з електродвигуном та його застосування.

*Сильфонний насос* містить робочий елемент – сильфон, що являє собою гофровану трубку, виготовлену із фторопласта, поліпропілену або металу (рис. 10.8). Стискання та розтягування сильфону здійснюють за допомогою механічного приводу з електродвигуном. Зворотній хід рідини попереджають застосуванням системи клапанів.



а



б

Рис. 10.8. Металеві сифонні елементи (а) та сифонний насос (б).

Амплітуду руху сиффона для запобігання його розриву роблять невеликою. У сифонних насосах усунутий недолік відцентрових насосів – нещільність між корпусом та віссю ротора.

*Трубчастий безклапанний насос* діє шляхом перетискання еластичної трубки трьома роликами відносно стінки корпуса насоса (рис. 10.9). Ролики прокочуються один за одним по трубці, проштовхуючи в ній рідину. Ролики укріплені на осі ротора, який приводиться у рух електродвигуном. Насос дозволяє створювати на виході тиск до 0,3 МПа і перекачувати суспензії та емульсії, агресивні рідини та біологічно активні рідини. Надзвичайно великого поширення набув у медичній техніці під назвою *перистальтичний насос*.



Рис. 10.9. Робочий елемент безклапанного перистальтичного насоса.

### 10.3. Видалення вологи і розчинених газів з органічних рідин

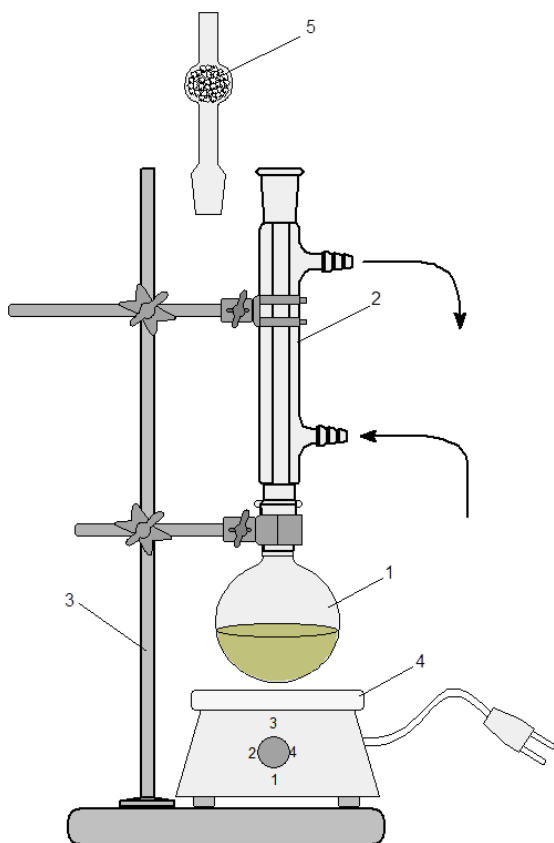
Вода міститься у вигляді домішки у всіх органічних розчинниках, оскільки вона часто присутня в них під час синтезу, а також у зв'язку з тим, що практично всі органічні розчинники в тому або іншому ступені гігроскопічні. Гази, що входять до складу атмосфери, також є постійними домішками всіх рідин.

Домішки води видаляють із органічних розчинників за допомогою осушуючих засобів, у якості яких вибирають речовини, нерозчинні в рідині і такі, що не вступають із нею в хімічну взаємодію.

Рідку органічну речовину висушують або в ексикаторі, або в плоскій широкій чашці над осушувачем, або струшуючи в конічній колбі разом з осушуючим реагентом. В останньому випадку тверду фазу відокремлюють фільтруванням, а фільтрат переганяють. Перегонку органічного розчинника без попереднього видалення осушувача проводити не слід, тому що деякі осушувачі, наприклад  $\text{CaCl}_2$ , легко за нагрівання втрачають поглинену воду. У тих випадках, коли потрібно довести вміст води до 0,005 % і нижче, рекомендують використовувати сульфат кальцію  $\text{CaSO}_4$ . Сульфат кальцію гірше інших осушувачів розчинний у більшості органічних розчинників, не реагує з ними, на відміну від  $\text{P}_2\text{O}_5$ , не каталізує їхнє розкладання, механічно стійкий і легко регенерується. Для більш повного видалення домішки води з деяких органічних розчинників застосовують перегонку потрійних азеотропних сумішей.

Видалення з рідин розчинених газів здійснюють кип'ятінням їх зі зворотним холодильником під атмосферним або зменшеним тиском (рис. 10.10). Розрідження створюють за допомогою водострумного насоса, який приєднують до верхньої трубки холодильника. З метою попередження потрапляння води з навколишнього середовища кип'ятіння

за атмосферного тиску проводять із встановленою в верхню частину холодильника хлоркальцієву трубку з поглиначем. Через 20–40 хв безперервного кипіння рідини (час визначається об'ємом і складом рідини) припиняють нагрівання і знімають холодильник. Рідину, звільнену від газу, переливають із колби в приймач та закорковують.



*Рис. 10.10.* Установка для видалення розчинених газів кип'ятінням зі зворотним холодильником: 1 – колба з оброблюваною рідиною; 2 – зворотній холодильник; 3 – штатив; 4 – електронагрівальна плітка; 5 – хлоркальцієва трубка. .

#### 10.4. Перегонка рідин (дистиляція)

На даний час фірмами випускаються різноманітні лабораторні установки, зібрані зі стандартних деталей, від пристроїв із завантаженням менше 1 дм<sup>3</sup> до установок з безперервним процесом перегонки продуктивністю до 5 л/год, а також повністю автоматизовані установки, що працюють за атмосферного тиску та глибокого вакууму.

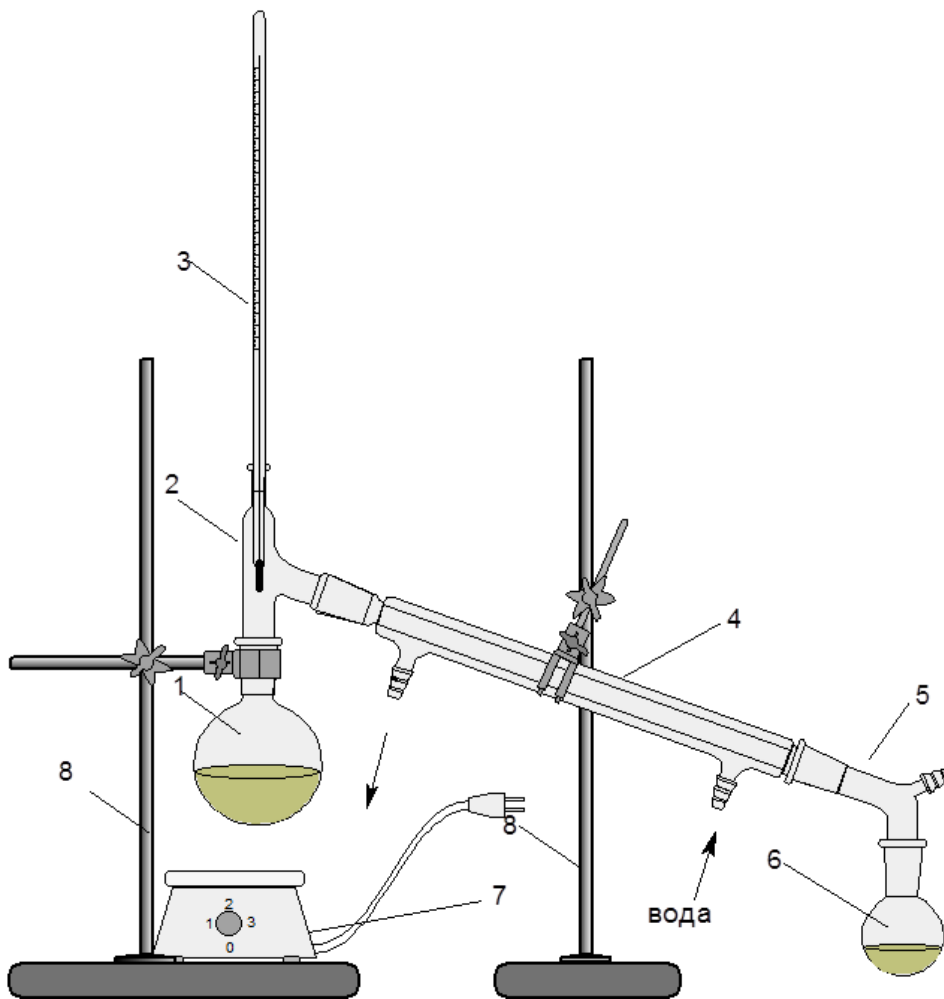
*Перегонка*, або *дистиляція* – процес розділення рідких сумішей на фракції, що відрізняються за складом, заснований на відмінності в процесі кипіння складу рідини і пари, що утворюється з неї [15]. Здійснюють перегонку шляхом часткового випарювання рідини і наступної конденсації пари. Відігнана фракція (дистилят) збагачена відносно більш летким (низькокиплячим) компонентом, а залишок невідігнаної рідини – менш летким (висококиплячим).

Рідина закипає, коли тиск її насиченої пари стає рівним зовнішньому тиску. За зменшення зовнішнього тиску зменшується і температура кипіння рідини. Якщо зовнішній тиск не змінюється і рідина не містить домішок, то температура кипіння в процесі перегонки не змінюється. В ході перегонки розчинів рідких речовин температура кипіння поступово підвищується до кінця процесу.

Найпростіший прилад для *простой однократної перегонки* рідин складається з колби Вюрца або круглодонної колби з насадкою Вюрца, холодильника, алонжа і приймача дистиляту (рис. 10.11). У колбу поміщають для полегшення кипіння капіляри із запаяним кінцем або шматочки порцеляни («кипілки»). Вони запобігають поштовхам в процесі кипінні рідини та сприяють більш рівномірному процесу кипіння. Використовують «кипілки» тільки один раз. Верхню частину ртутного резервуара термометра розташовують так, щоб вона знаходилась на рівні нижнього краю отвору відвідної трубки насадки. У цьому випадку ртутний резервуар добре омивається парою перегонної рідини, і термометр дає правильні показання температури кипіння рідини. На кінці ртутного резервуара термометра в ході перегонки повинна втримуватися крапля конденсату, і її відсутність вказує на те, що пара перегріта і термометр показує завищену температуру кипіння.



Рух охолоджуючої води в холодильнику завжди направляють знизу нагору, до більш гарячої частини внутрішньої його трубки. У випадку зворотного руху охолодної води у верхній частині холодильника утворюється повітряна кишеня через виділення з води розчиненого повітря, що призведе до перегріву і розтріскування спаю внутрішньої трубки і зовнішньої сорочки холодильника.



*Рис. 10.11.* Установа для простої перегонки під атмосферним тиском: 1 – круглодонна колба; 2 – насадка Вюрца; 3 – термометр; 4 – прямооточний холодильник; 5 – алонж; 6 – приймач дистиляту; 7 – електронагрівач.

Для фракціонування конденсату з відбором фракцій, які мають вузький інтервал температур кипіння, застосовують алонжи-павуки, що

легко повертаються в їх пришліфованому з'єднанні з холодильником. Якщо конденсат чутливий до вологи повітря і його домішок, то до кінця відвідної трубки алонжа приєднують запобіжні склянки Дрекселя або Тищенко чи хоча б хлоркальцієву трубку.

Колби з перегонною рідиною нагрівають газовими пальниками, у рідинних та піскових банях, за допомогою електронагрівачів. Використання бань дозволяє регулювати температуру нагрівання перегонної рідини. Рекомендують температуру в рідинній бані підтримувати приблизно на 20 °С вище за температуру кипіння перегонної рідини для більшої рівномірності кипіння та запобігання перегрівання.

Швидкість перегонки вважають нормальною, якщо з холодильника стікає приблизно одна крапля конденсату за 2 с. До кінця переганяти рідину не рекомендують. Перегонку припиняють, коли в колбі залишається приблизно 1/10 частини початкового об'єму рідини.

*Перегонку у вакуумі* застосовують для зниження температури кипіння рідин, які випаровуються за занадто високих температур або розкладаються в процесі кипіння під атмосферним тиском. Рідини в ході вакуумної перегонки в меншому ступені піддаються впливу кисню повітря, крім того, за рахунок зниження температури кипіння стає можливим розділення за температури нижче за температуру розкладання. Використовуючи вакуумну перегонку, можна розділити навіть азеотропні суміші. Наприклад, розчин етанолу  $C_2H_5OH$  у воді кипить під тиском 9 кПа за температури близько 28 °С, без утворення азеотропної суміші. Тому вакуумною перегонкою можна одержати етанол із вмістом води менш ніж 0,2 %, не застосовуючи перегонки потрійних азеотропних сумішей.

Вакуумну перегонку зазвичай в лабораторії проводять під тиском вище 70 Па, що не вимагає спеціального обладнання. Для перегонки використовують кругло- або гостродонні колби Кляйзена 1 чи

Фаворського, а за їх відсутності – прості колби з відповідними насадками (рис. 10.12). Перегонну колбу обладнують капіляром 2, який забезпечує рівномірність кипіння та сприяє перемішуванню рідини. Відбір фракцій здійснюють в приймачі дистиляту 6 за допомогою алонжа-павука 5, який приєднують до форштоса холодильника 4. Величину остаточного тиску (вакууму) вимірюють за допомогою вакуумметра 8.

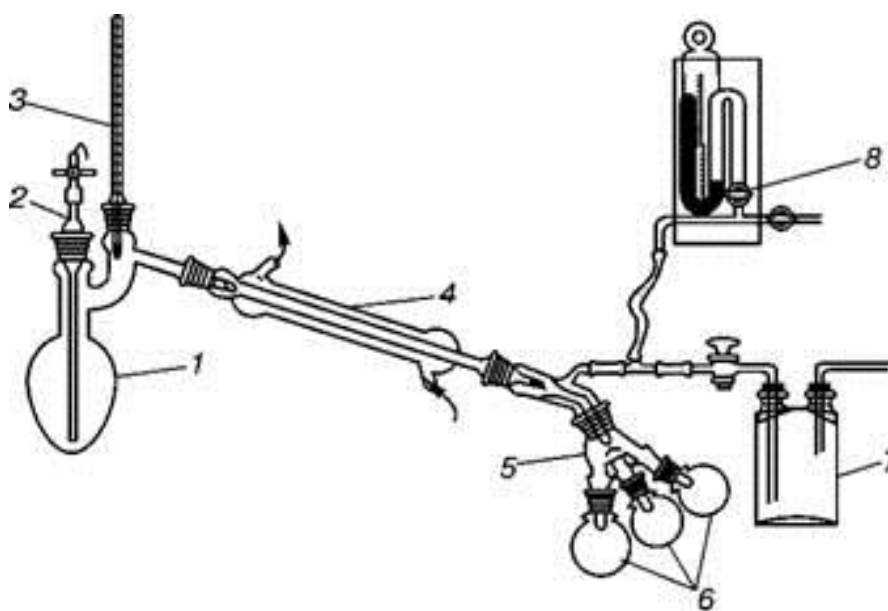


Рис. 10.12. Установа для перегонки під вакуумом: 1 – колба Кляйзена; 2 – запобіжний капіляр; 3 – термометр; 4 – прямоточний холодильник; 5 – алонж-павук; 6 – приймачі дистиляту; 7 – запобіжна склянка; 8 – манометр-вакуумметр.

Коли перегонка закінчена, насамперед припиняють нагрівання і тільки після цього відключають вакуум. Потім трохи відкривають гвинтовий затиск на гумовій трубці капіляра і дають повітрю проникнути усередину приладу, стежачи по вакуумметру та бульбашкам повітрям за повільним його надходженням у колбу та холодильник. За значного потоку повітря може відбутися розбризування залишку рідини з віднесенням краплинно-рідкої фази в холодильник і далі в приймач дистиляту, крім того, може бути ушкоджений ртутний вакуумметр через різкий удар ртуті

об скло. Тільки після вирівнювання тиску усередині і ззовні приладу знімають приймач дистилляту.

Якщо для створення вакууму використовують водоструминний насос, то між ним і приймачем ставлять запобіжну склянку 7. Перед масляним вакуум-насосом поміщають або пастку для виморожування пари перегонної рідини, або поглинальну склянку чи колонку для захисту насоса від пари дистилляту. Вибір поглиначів визначається складом рідини.

Вакуумну перегонку необхідно проводити дуже уважно і обов'язково із захистом очей та обличчя від можливого вибуху вакуумованих скляних посудин.

*Перегонку з водяною парою* застосовують переважно для виділення, розділення і очищення речовин, малорозчинних у воді і які з нею не взаємодіють, що мають до того ж значний тиск пари за температури кипіння води. Зокрема, таку перегонку використовують для очищення смол різного складу, розділення мастил, очищення ефірних олій, жирних кислот.

Перегонка речовини з водяною парою зменшує термічний вплив на розділювані речовини, що наближає цей метод до вакуумної перегонки. Перегонку з водяною парою проводять як за атмосферного тиску, так і у вакуумі. Щоб виконати перегонку, водяну пару з генератора пари 2 (рис. 10.13), обладнаного електронагрівником 1, пропускають у колбу 5 з перегонною рідиною, нагрітою на рідинній бані або електронагрівачі 1 до 110 °С, щоб уникнути конденсації водяної пари. Пара добре перемішує рідину, зменшуючи небезпеку її перегріву і вилучає необхідні компоненти, несучи їх у холодильник 7. Генератор пари може бути як металевим, так і скляним. Довжина запобіжної трубки 3 поза парогенератором повинна бути не менш 50 см. За різкого підвищення тиску усередині парогенератора частина води викидається через цю трубку в зливальний

пристрій і відводиться в яку-небудь прийомну посудину. Генератор приєднують до перегонної колби після початку кипіння води за допомогою шліфів або гумової чи скляної трубки 4. Перед його приєднанням колба повинна бути вже нагріта до 110 °С і ця температура під час перегонки не повинна знижуватися. З підвищенням температури в колбі вище 110 °С швидкість перегонки з паром росте, але одночасно зменшується ступінь розділення речовин. У приймач 9 в ході перегонки надходить емульсія. Коли з холодильника почнуть з'являтися прозорі краплі чистої води, перегонку закінчують – припиняють нагрівання генератора. Після від'єднання приймача дистиляту від холодильника його вміст переливають у подільну лійку і видаляють водну фазу.

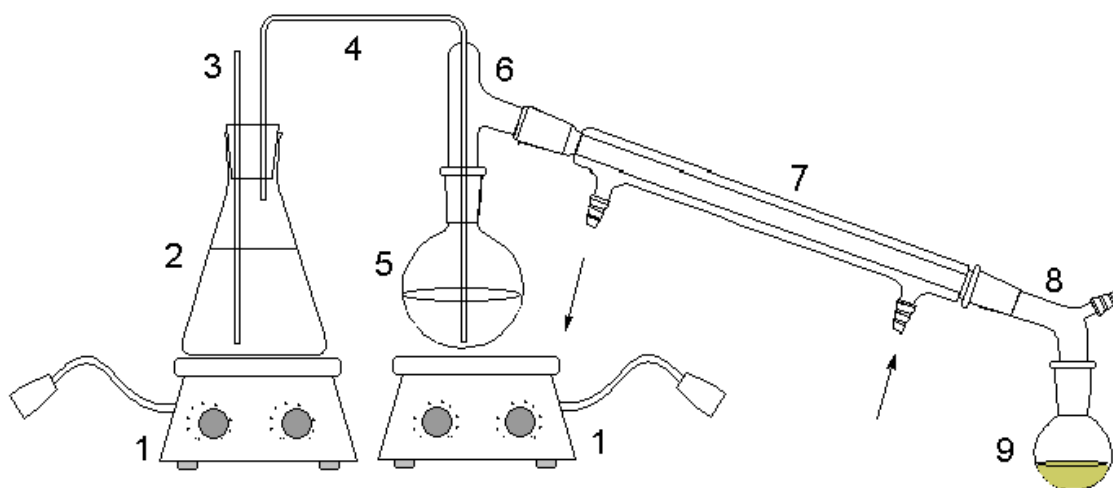


Рис. 10.13. Установка для перегонки з водяною парою: 1 – електронагрівач; 2 – парогенератор; 3 – запобіжний капіляр; 4 – з'єднувальна трубка; 5 – перегонна круглодонна колба; 7 – прямоочний холодильник; 8 – алонж; 9 – приймач дистиляту.

## 10.5. Молекулярна перегонка

Молекулярну перегонку застосовують для розділення і очищення малолетких і термічно нестійких речовин, які не можна перегнати

звичайним способом або використовуючи сублімацію і перекристалізацію. До таких речовин належать високомолекулярні органічні сполуки (смоли, жири, мастила, олії, пластифікатори). Цей метод незамінний для виділення вітамінів з рослинних олій.

Робочий вакуум зазвичай знаходиться в діапазоні від  $10^{-2}$  мм рт.ст. до  $10^{-4}$  мм рт.ст. і створюється за допомогою вакуумних насосів. Завдяки вакууму молекули пари рухаються від гарячої (випарної) поверхні до холодної (конденсованої) з мінімальним числом зіткнень, а довжина вільного пробігу молекул за таких тисків порівнянна з відстанню між поверхнями випаровування рідини і конденсації пари. Під час молекулярної дистиляції зміна складу пари в порівнянні зі складом рідини визначається різницею швидкостей випаровування компонентів. Тому цим способом можна розділяти суміші, компоненти яких мають однаковий тиском пари. За заданої температури рідини і відповідному їй тиску пари швидкість молекулярної дистиляції зростає з пониженням тиску в апараті.

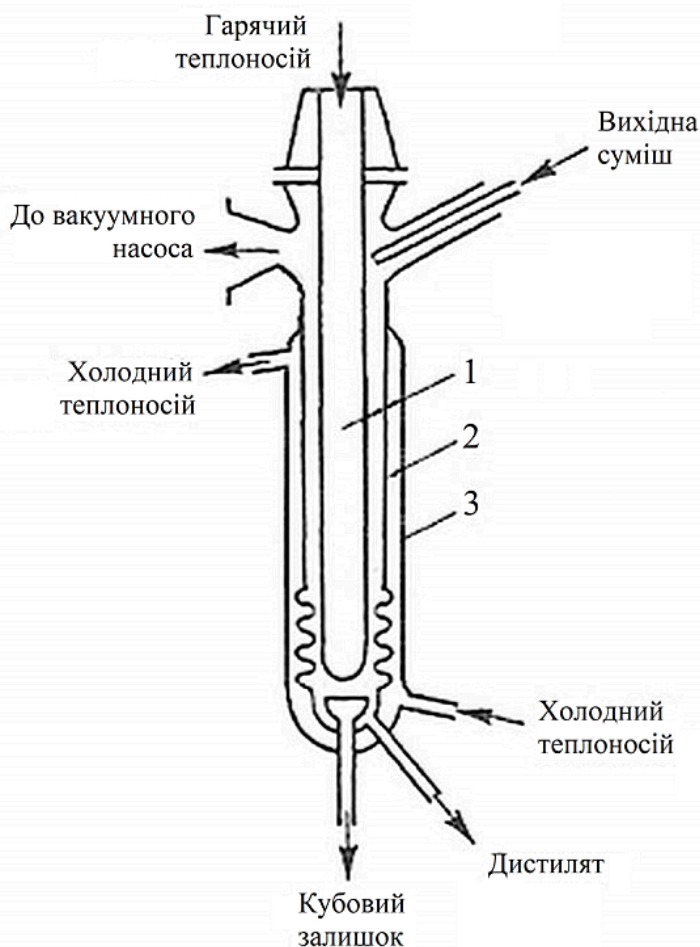
Так як під час молекулярної дистиляції рідина не кипить, перемішування паровими бульбашками (як в процесі звичайної дистиляції) відсутнє, і перенесення речовини в об'ємі рідини відбувається в основному за рахунок молекулярної дифузії. Оскільки цей процес більш повільний, ніж випаровування з поверхні, рідина з боку поверхні збіднюється щодо більш леткими компонентами і в ній виникає градієнт концентрацій, що погіршує умови поділу вихідної суміші. Для запобігання цього явища зазвичай зменшують товщину шару рідини і забезпечують її перемішування: випаровування в сучасних молекулярних дистиляторах проводять в дуже тонких плівках рідини (плівкові, або тонкоплівкові випарники), що дозволяє, крім того, зменшити час перебування речовини на поверхні випаровування і попередити його термічного розкладання.

Швидкість випаровування молекул з поверхні визначається температурою рідини: чим вище температура, тим більше тиск пари і швидкість випаровування. Однак зі збільшенням тиску пари зменшується довжина вільного пробігу молекул і зростає частота їх зіткнень, що призводить до зниження ефективності поділу суміші. Тому, з метою підвищення ефективності поділу, молекулярну дистиляцію проводять за тисків нижчих, ніж ті, за яких молекули досягають поверхні конденсації з зіткненнями. Кожній суміші рідин відповідає певна оптимальна температура процесу, за якої досягається максимальний ступінь поділу.

Зокрема, в лабораторному апараті молекулярної дистиляції вихідна суміш розподіляється у вигляді плівки на зовнішній поверхні внутрішньої трубки, яка нагрівається теплоносієм, що подається до неї в середину (рис. 10.14). На відстані від 10 мм до 30 мм від внутрішньої трубки знаходиться зовнішня трубка, забезпечена термостатованою сорочкою, в яку подається охолоджуючий теплоносій. Кубовий залишок і дистилят, отриманий на охолоджуваній поверхні, відводяться знизу в приймачі. Необхідний залишковий тиск в робочому просторі апарата молекулярної дистиляції підтримується за допомогою підключеного вакуумного насоса.

## **10.6. Зберігання рідин**

Під час зберігання рідин необхідно насамперед створити такі умови, за яких речовини збережуть незмінним свій склад. Найбільшою проблемою запобігання забруднення рідин в процесі їхнього зберігання є правильний вибір матеріалу і конструкції посудини, у якому вони будуть перебувати протягом того або іншого часу.



*Рис. 10.14.* Апарат молекулярної перегонки:  
 1 – внутрішня обігрівуюча камера; 2 – зовнішня охолоджувана трубка;  
 3 – термостатуюча сорочка.

У більшості випадків, коли це стосується органічних розчинників кваліфікації "чистий", достатньо використати для зберігання скляний посуд із пришліфованою скляною або полімерною пробкою.

Зберігати рідини, що мають кваліфікацію "ч.д.а.", "х.ч." і "ос.ч.", необхідно в посудинах із суворо певних матеріалів. Ідеальним матеріалом для посудин, призначених для зберігання особливо чистих рідин, залишається поки фторопласт-4.

Леткі органічні розчинники усіх кваліфікацій, кислоти (крім HF) кваліфікації "ч.д.а." і "х.ч." необхідно зберігати в скляних посудинах із притертими пробкою і ковпачком. Виключення представляють рідини, що зазнають на повітрі гідролізу з утворенням твердих продуктів, які



викликають заїдання шліфів. Для таких рідин скляні пробки і ковпачки заміняють на фторопластові або поліетиленові.

Особливо чисті рідини зберігають у посудинах із фторопласту-4, що мають циліндричну форму і верхнє зовнішнє різьблення для нагвинчуваної кришки. Для більшої герметизації під кришку поміщають фторопластову прокладку, а на горлі посудини роблять невеликий круговий виступ, що входить у заглиблення прокладки і нагвинчуваної фторопластової пробки. Значну кількість рідин можна зберігати в склянках з поліетилену або поліпропілену.

Крім матеріалу ємностей ставляться окремі вимоги до об'єму посудин, в яких зберігаються рідини:

- в шафах і на стелажах біля робочого столу потрібно зберігати тільки мінімальну кількість реактивів, які необхідні для конкретної роботи в певний момент;

- кислоти рекомендується зберігати в посудинах, об'єм яких не повинен перевищувати два літри;

- для рідин, які легко можуть спалахнути, слід заздалегідь придбати товстостінні скляні посудини об'ємом не більше за один літр. У лабораторії необхідно зберігати стільки подібних рідин, скільки буде достатньо для одного дня роботи.

### **Завдання для самоконтролю до розділу 10**

1. Опишіть будову та принцип дії пристосувань для забезпечення сталого рівня рідини.
2. Опишіть будову та принцип дії пристосувань для забезпечення сталої швидкості витікання рідини.

3. Опишіть будову та принцип дії пристосувань для підтримки сталого рівня рідини.
4. Наведіть будову та поясніть принцип дії клапанного поплавкового регулятора рівня.
5. Наведіть будову та поясніть принцип дії капілярного рідинного реометра.
6. Наведіть будову та поясніть принцип дії рідинного ротаметра.
7. Наведіть типи приладів та пристосувань для визначення витрати рідких речовин.
8. Наведіть типи пристосувань – побудників витрат рідких речовин.
9. Опишіть видалення вологи і розчинених газів з органічних рідин. Приведіть схему установки.
10. Опишіть призначення і техніка виконання операції перегонки. Приведіть схему установки для простої перегонки.
11. Опишіть призначення і техніка виконання операції перегонки з водяною парою. Приведіть схему установки.
12. Опишіть призначення і техніка виконання операції перегонки у вакуумі. Приведіть схему установки.
13. Опишіть призначення операції молекулярної перегонки та межі її застосування.
14. Опишіть основні правила зберігання рідин.

## РОЗДІЛ 11.

# ТЕХНІКА РОБОТИ ІЗ СУМІШАМИ ТВЕРДИХ І РІДКИХ РЕЧОВИН ТА РОЗЧИНАМИ

Прилади, застосовувані для робіт із сумішами твердих і рідких речовин, досить різноманітні. Це й посудини для перемішування суспензій, ізотермічні та хімічні кристалізатори, установки для випарювання розчинів, розділення фаз методами фільтрування. Кристалізація залишається дотепер мистецтвом, заснованим скоріше на багатому досвіді в цій області, ніж на наукових даних. Це мистецтво полягає не стільки у виділенні самих кристалів, скільки в регулюванні їхнього росту для одержання продукту потрібної якості або форми і розміру монокристалів.

### 11.1. Розчини і їх приготування

*Розчином* називають термодинамічно стійку однофазну гомогенну систему змінного складу, що містить два або більше компоненти. В даному випадку "термодинамічно стійка" означає, що система не зазнає фізико-хімічних перетворень після утворення; "однофазна" – відсутня межа поділу між групами (кластерами) однакового хімічного складу; "гомогенна" – кожен з компонентів розподілений серед інших у вигляді своїх частинок (атомів, молекул, іонів). Речовину, що є присутньою в розчині в більшій кількості, зазвичай називають *розчинником*, а інші речовини – *розчиненими речовинами*. Якщо одна з речовин розчину є рідиною, а інші – твердими або газоподібними, то розчинником прийнято називати рідку фазу навіть тоді, коли інші речовини присутні в розчині в

більшій кількості. Розчинником також вважають ту речовину, агрегатний стан якої не змінюється в ході утворення розчину.

Розчинення називають фізико-хімічний процес, в якому під дією молекул розчинника відбувається послаблення зв'язків між молекулами розчинюваних речовин, руйнуванням зв'язків між ними та утворенням міжмолекулярних зв'язків між молекулами розчиненої речовини та розчинника. Розчинення можливе тоді, коли енергія взаємодії між компонентами розчину більша від енергії взаємодії у вихідних речовинах.

Стан розчину визначається трьома основними параметрами: температурою, тиском і концентрацією розчинених речовин. В процесі розчинення твердої, рідкої або газоподібної речовини в обраному розчиннику за сталих тиску та температури концентрація розчину збільшується не безмежно. Рано або пізно речовина, якщо вона не має необмежену розчинність, перестає розчинятися, досягається певна її концентрація, яка навіть в результаті найбільш тривалого контакту розчинюваної речовини і розчинника за умов інтенсивного перемішування вже більше не змінюється, залишається сталою. Це є ознакою настання фазової рівноваги між кристалічною розчиненою речовиною та розчином.

Гранично можлива концентрація розчиненої речовини, що відповідає фазовій рівновазі, називається *розчинністю* цієї речовини в даному розчиннику за даних температури і тиску. Розчин, що перебуває у фазовій рівновазі з розчиненою речовиною, називають *насиченим*. Насичений розчин може існувати тільки в контакті (через поверхню поділу фаз) з розчиненою речовиною. Насичені розчини можуть бути як концентрованими, так і розведеними залежно від значення розчинності речовин. Наприклад, насичений розчин  $\text{AgNO}_3$  містить за температури  $20\text{ }^\circ\text{C}$  216 г солі в 100 г води, а насичений розчин  $\text{AgBr}$  за тої ж температури – всього  $1,2 \cdot 10^{-5}$  г у тій же кількості води [24].

Речовини будь-якого агрегатного стану можуть утворювати в певних умовах *пересичені* розчини, тобто такі, у яких вміст розчиненої речовини більше, ніж у насичених розчинах тих же речовин за однакових температури та тиску. Такі розчини вкрай нестійкі і у контакті з розчиненою речовиною переходять у насичені, виділяючи надлишок розчиненої речовини. Існують *ненасичені* розчини – розчини, у яких за даних температури і тиску можливо подальше розчинення вже наявної в ньому речовини. Такі розчини завжди являють собою однофазну систему. Терміни "розведений" і "концентрований" є умовними.

Техніка розчинення кристалічних речовин у рідинах у більшості випадків не є складною. Розчинення проводять після здрібнювання речовини, тому що швидкість розчинення кристалів залежить від їхнього розміру. Чим крупніше кристали, тим повільніше йде їхнє розчинення за даної температури. Підвищення температури може як збільшити розчинність речовини, так і понизити її. Відомі речовини, розчинність яких практично від температури не залежить. Розчинення більшості солей і неелектролітів – процес ендотермічний, що супроводжується охолодженням утвореного розчину. Тому відповідно до принципу Ле Шательє підвищення температури збільшує розчинність таких речовин.

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

5–10 мм, і висушують горло над міткою згорнутим у трубочку шматком фільтрувального паперу. Нарешті доливають розчинник по краплях до мітки, намагаючись не замочити внутрішню частину горла. Наповнену колбу закривають пробкою і обережно перемішують вміст, перевертаючи колбу; тримати її треба при цьому двома руками: лівою за основу, а правою – за горло із пробкою.

Якщо речовина, розчин якої хочуть одержати, у вихідному стані є кристалічною або може утворювати кристалогідрати, то спочатку необхідно провести її розчинення в невеликій кількості розчинника в стакані, а вже потім вводити одержаний концентрований розчин в мірну колбу. Розчинення речовин проводять звичайно в хімічних склянках, перемішуючи суміші твердої і рідкої фаз склянкою паличкою з надягнутим на її кінець шматочком гумового або поліетиленового шланга. Коли розчинення речовини відбувається повільно, суміш нагрівають і застосовують механічне перемішування. Якщо розчинення ведуть за нагрівання, то порошок речовини вводять у рідину порціями. Поява на дні нагрівної посудини шару речовини, яка не розчинилася, може викликати місцевий перегрів посудини і її руйнування. Після повного розчинення кристалічної речовини та вирівнювання температури розчину з температурою в лабораторії отриманий концентрований розчин кількісно переносять у мірну колбу.

Розчинність речовини виражають у масі, яка може розчинитись в 100 г дистильованої води. Практичне визначення розчинності проводять таким чином: в стакан з хімічно-стійкого скла вводять об'єм води, що відповідає масі 100 г за даної температури. Досліджувану тверду речовину стирають у можливо більш тонкий порошок і малими порціями під перемішуванням вводять у воду. Тверду речовину додають доти, поки вона не перестане розчинятись. Утворену суспензію залишають на півгодини

для осідання твердої фази й вирівнювання концентрації, після чого обережно переливають у попередньо зважену випарну чашу таким чином, щоб з рідиною до неї не потрапили кристали твердої речовини. Чашу з розчином також зважують. Утворений розчин обережно упарюють, не припускаючи кипіння, щоб попередити розбризкування та втрати розчину. Після остаточного упарювання рідини чашу охолоджують, зважують та визначають розчинність твердої речовини:

$$A = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_3} \cdot 100, \text{ г/100 г H}_2\text{O},$$

де  $m_1$  – маса пустої випарної чаші, г;  $m_2$  – маса випарної чаші з розчином, г;  $m_3$  – маса випарної чаші з твердою речовиною після упарювання, г.

Такий спосіб можна застосовувати для визначення розчинності тільки тих речовин, які не утворюють стійкі кристалогідрати.

## 11.2. Перемішування рідких систем

Перемішування реакційної суміші покращує контакт між фазами, збільшує швидкість реакції, особливо в тих випадках, коли швидкість розчинення однієї з фаз у рідкому реакційному середовищі менше за швидкість самої реакції. Сильне перемішування необхідно під час швидкого нагрівання або охолодження реакційної суміші для усунення місцевих зон перегріву/переохолодження. У рідинних термостатах і кріостатах перемішування сприяє вирівнюванню температур в об'ємі рідини.

Ефективність перемішування значною мірою залежить від конструкції мішалок. Найбільш широкого застосування в лабораторії

набули *механічні верхньоприводні* та *магнітні безосьові* мішалки. Робочі елементи мішалок раніше виготовляли зі скла, проте наразі широкого застосування набули для виготовлення мішалок полімерні матеріали та неіржавіюча сталь.

Перемішування під час розчинення та змішування значних об'ємів рідин у відкритих ємностях дозволяє використовувати в першу чергу *верхньоприводні мішалки*, які являють собою перемішуючий пристрій, встановлений на валу електродвигуна з регульованою кількістю обертів, що встановлений на штативі (рис. 11.1, а).

*Лопатеві перемішувачі* (рис. 11.1, б) – найпоширеніший вид лабораторних мішалок. Вони мають дві-чотири плоскі лопаті, приварені до осі під кутом. *Пропелерні* мішалки (рис. 11.1, в) мають дві-три лопаті, зварені разом, і таких груп лопатей на валу може бути кілька. Лопаті цієї мішалки фактично являють собою пропелер. Рідина, що оточує його, переміщується в напрямку осі мішалки. Для перемішування малов'язких рідин, схильних до розшарування, або для перемішування суспензій доцільно застосовувати *турбінні* (рис. 11.1, г) або *рамкові* (рис. 11.1, д)

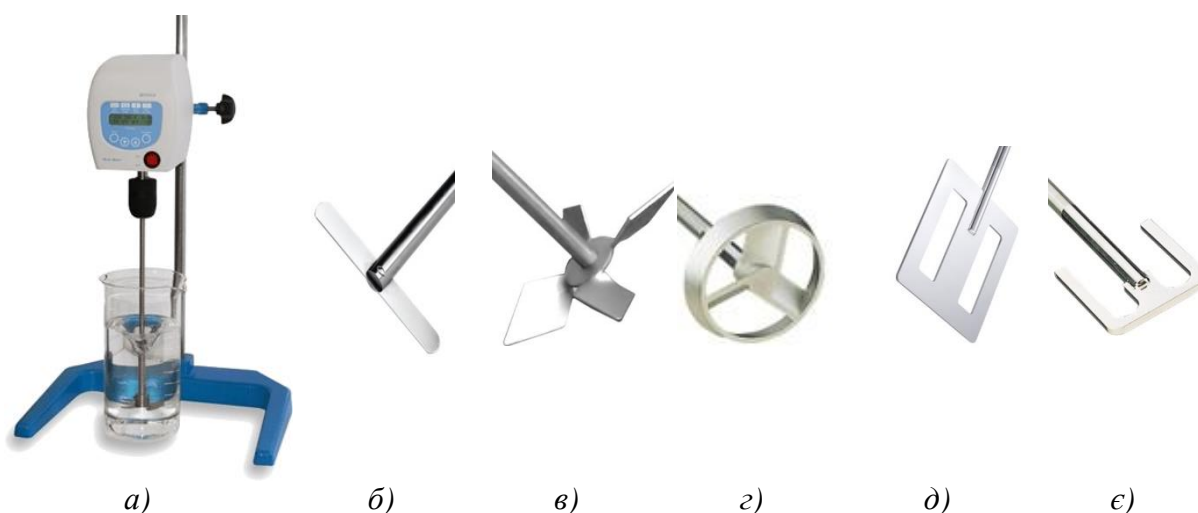


Рис. 11.1. Верхньоприводна механічна мішалка а) та перемішувачі з неіржавіючої сталі: лопатевий б), пропелерний в), турбінний г), рамковий д) та якірний е).



мішалки, які дозволяють залучити до перемішування значний шар рідини та утворюють циркуляційні потоки. *Якірні* мішалки (рис. 11.1, є) відрізняються від інших мішалок тим, що їхні лопати повторюють контур дна посудини, утворюючи з ним незначний зазор, і нагадують якір. Якірні мішалки відносяться до тихохідних мішалок; їх застосовують для перемішування в'язких розчинів і попередження утворення осадів і накипу на дні посудини. Якірні мішалки виготовляють із нержавіючої сталі, титану і ударостійких полімерних матеріалів. Для збирання таких мішалок спочатку в посудину заводять дугоподібну частину мішалки, а потім ввертають її вал у втулку якоря. Кількість обертів мішалки коливається від 12 об/хв до 90 об/хв. На малих обертах мішалки рідина обертається по колу, в якому рухаються лопаті, і тому не відбувається змішування різних шарів рідини. За інтенсивного перемішування з'являються вихрові потоки руху рідини в площині обертання лопаті від центра посудини до її стінок. У центрі посудини від такого руху виникає область зниженого тиску, у яку всмоктується рідина із шарів, що лежать вище і нижче лопатей. Все це приводить до інтенсивного перемішування окремих шарів рідини, що зростає зі збільшенням кількості обертів мішалки. Через круговий рух рідини на її поверхні під дією відцентрової сили утворюється лійка, глибина якої зростає зі збільшенням кількості обертів мішалки. Утворення лійки веде до часткового використання ємності посудини, до необхідності брати більш високу посудину або зменшувати кількість перемішуваної суміші.

*Безосьова магнітна* мішалка являє собою залізний або магнітний стрижень (рис. 11.2, а), запаяний у скляну або поліетиленову ампулу, поміщену в посудину з перемішуваною суспензією або рідиною. Посудину встановлюють на пристрій з обертовим постійним магнітом (рис. 11.2, б), швидкість руху обертання якого регулюють від 400 об/хв до 1200 об/хв.



Рис. 11.2. Перемішувач *а)* для безосьової магнітної мішалки *б)* та їх використання для перемішування рідин *в)*.

Навколо постійного магніту розташовують електронагрівник. Обертювий рух ампули поверхнею дна посудини не дає твердій фазі осідати на дно і прилипати до нього (рис. 11.2, в). Із включеним електронагрівником перемішування обмежують у часі, без нагрівання така мішалка може працювати цілодобово. Для попередження розмагнічування постійного магніту на верхній кожух непрацюючої мішалки над постійним магнітом кладуть ампулу із залізним осердяч. Мішалки з магнітним приводом дають можливість перемішувати рідину в атмосфері інертного газу, у вакуумі, у колбі зі зворотним холодильником.

*Барботування* – перемішування рідин, емульсій і суспензій шляхом пропускання крізь них газу або повітря. Пристрої, за допомогою яких здійснюють цю операцію, називають *барботерами*. У лабораторіях для барботування частіше застосовують стислий азот з балона. Якщо ж доводиться використовувати стиснене повітря, його треба перед подачею в барботер очистити від домішок, використовуючи посудини, стовпчики або

склянки, наповнені хімічними поглиначами. Застосовують також і водоструминний насос для просмоктування повітря через перемішване середовище. Барботування використовують у тих випадках, коли газ не чинить хімічного впливу на перемішуваний розчин, або потрібно видалити з нього інші розчинені гази, не використовуючи кип'ятіння зі зворотним холодильником. Іноді барботування для перемішування сполучають із використанням введенням в посудину газу як одного з реагентів хімічної реакції. У найпростішому випадку барботер складається з зігнутої скляної трубки, яка розташовується на дні посудини (рис. 11.3, а). Кільце має отвір для виходу газу. Вихідний газ у вигляді пухирців захоплює за собою частки суспензії або краплі емульсії і створює потік висхідної рідини. Цей потік буде тим інтенсивніше, чим з більшою швидкістю буде виходити газ, чим сильніше він буде дробитися на виході на дрібні пухирці. Для дроблення на невеликі порції застосовують пластинки з пористого скла (рис. 11.3, б) або пористого полімерного матеріалу (рис. 11.3, в). Такі барботери застосовують для розчинення газів у рідинах, наприклад, хлороводню або аміаку у воді.

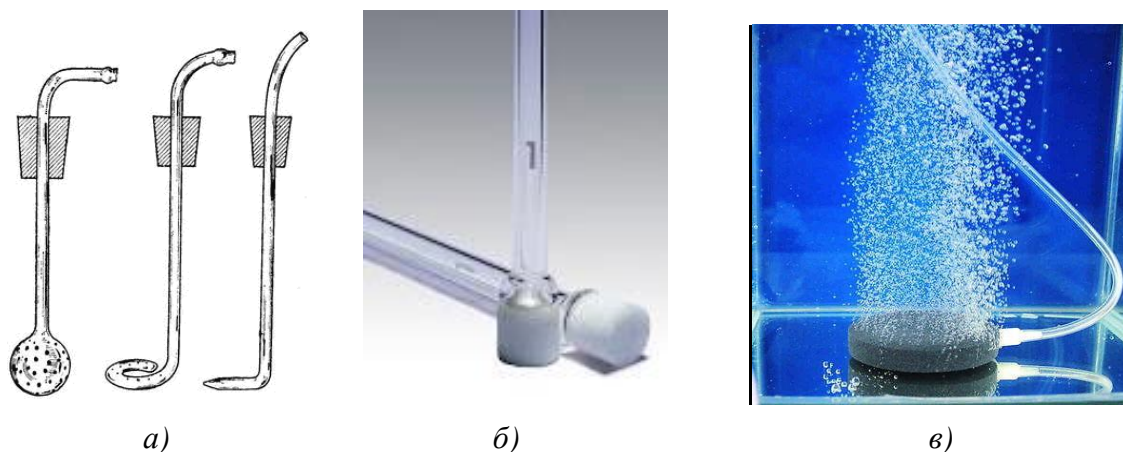


Рис. 11.3. Лабораторні барботери з скляної трубки а), пористого скла б) та полімеру в).

Також в хімічних лабораторіях широкого розповсюдження набули *лабораторні шейкери* (рис. 11.4), які можуть використовуватися для змішування різних речовин, проведення екстракції, приготуванні розчинів. За типом руху робочої платформи шейкери діляться на орбітальні, зворотно-поступальні, вібраційні, перевертають, хвилеподібні. Існують шейкери для колб, пробірок, бутлів, а також інших ємностей. Вони можуть бути оснащені термостатованою камерою для підтримки потрібної температури, дисплеєм, таймером. Лабораторні шейкери володіють низьким центром ваги, що дозволяє використовувати їх на максимальній швидкості без ризику падіння струшуваної посудини. Робоча платформа ізольована від двигуна, що дає можливість працювати з чутливими до температури зразками.



Рис. 11.4. Лабораторні шейкери (струшувачі).

### 11.3. Розділення сумішей твердих і рідких речовин

#### 11.3.1. Концентрування розчинів

Підвищення концентрації розчину з метою збільшення концентрації або подальшого вилучення розчиненої речовини можливе за рахунок видалення розчинника шляхом його випарювання або виморожування.

*Випарювання* розчинів проводять для підвищення концентрації розчиненої речовини перед її кристалізацією або для видалення розчинника з метою одержання розчиненої твердої фази у вигляді сухого залишку. Випарювання проводять як за атмосферного тиску, так і у вакуумі за допомогою рідинних, парових і повітряних бань, інфрачервоних випромінювачів, колбонагрівачів і електричних плиток.

Не рекомендується випарювати розчини за їхнього кипіння внаслідок розбризкування рідкої фази і утворення кірки солей на холодних частинах випарювального пристрою, проводити випарювання в сушильних шафах, які швидко виходять із ладу через конденсацію пари на стінках і внутрішніх частинах, що містять електронагрівальні елементи і терморегулюючі пристрої. Не слід випарювати розчини в ексикаторах за кімнатної температури через необхідність частої заміни осушувачів. Швидкість випарювання розчинника залежить від температури, тиску, поверхні випарювання, інтенсивності перемішування і товщини шару грітого розчину.

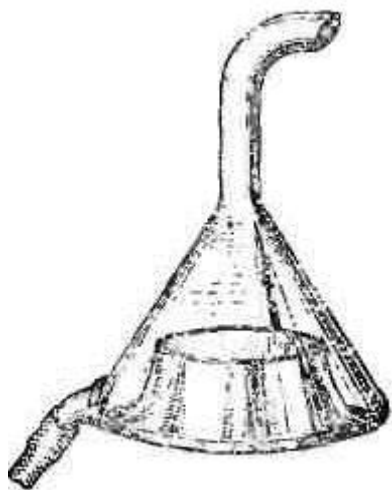
Випарювання рідин у відкритих посудинах проводять, як правило, з використанням порцелянових, скляних, кварцових або платинових чашок різного діаметра (рис. 4.14, а, б), заповнених на  $\frac{2}{3}$  їхньої висоти (рівень розчину повинен бути на 3 см нижче країв чашки). Вибір матеріалу чашок і склянок залежить від хімічної активності упарюваного розчину.

Випарювання розчинів проводять як з верхнім інфрачервоним обігрівачем, так і з підігріванням на рідинній бані. Іноді для пришвидшення видалення пари розчинника на поверхню розчину спрямовують через трубку потік гарячого повітря, хоча це може спричинити забруднення розчину аерозолями повітря.

Якщо необхідно регенерувати особливо коштовний розчинник, то застосовують спеціальну лійку (рис. 11.5) для збирання конденсату, яку

встановлюють зверху на випарну чашу. Нижній край лійки над порцеляною чашкою розташовують на відстані від 1 см до 3 см від поверхні розчину для утворення турбулентного повітряного потоку, а верхню частину трубки за необхідності приєднують до холодильника. В такому випадку для нагрівання застосовують лише нижній підігрів на рідинній бані.

В процесі випарювання деяких розчинів утворюються дрібні кристалики, які "повзуть" у вигляді тонкого шару по стінках чашки і навіть виходять за її край через більш слабе нагрівання верхньої частини чашки. Усунення "повзучості" твердої фази досягають застосуванням приладу з верхнім нагрівачем або ІЧ-випромінювача. Рекомендують також установлювати зовні навколо верхньої частини чашки або склянки з випарюваним розчином кільцевий нагрівач у вигляді скляної трубки з ніхромовою електричною спіраллю.



*Рис. 11.5.* Запобіжна лійка для упарювання рідин.



*Рис. 11.6.* Роторний плівковий випарник Буча (або Бюхи – від прізвища виробника Walter Büchi).

Для запобігання повзучості застосовують також спарені чашки, вставлені одна в одну. Зовнішня чашка знаходиться в рідинній бані, а внутрішня більш плоска чашка містить випарюваний розчин. Її вставляють так, щоб її край знаходився на 1–2 см нижче краю зовнішньої чашки. Оскільки краї внутрішньої чашки нагріваються сильніше, ніж дно, то утворена кірка кристалів починає просихати зверху вниз, що перешкоджає повзучості кристалів.

У тих випадках, коли розчинена речовина розкладається в процесі нагрівання за атмосферного тиску, розчинник видаляють або за допомогою вакууму в плівкових випарниках, або виморожуванням.

*Вакуумне випарювання* – це випарювання в герметично закритій посудині під вакуумом від 5 торр до 30 торр (від 650 Па до 4000 Па), за допомогою якого видаляється пара рідини. У цьому випадку можна значно понизити температуру нагрівання посудини, не знижуючи інтенсивності випарювання розчинника. Застосовують вакуумне випарювання, в основному, для концентрування розчинів, які подають після цієї операції на кристалізацію термолабільних речовин. В ході випарювання під вакуумом не допускають кипіння розчинів, тому що є небезпека винесення крапельнорідкої фази і виділення з неї твердої фази в трубках, пов'язаних з вакуумною системою.

Найбільш широкого застосування набули апарати вакуумного випарювання ротаційного типу (рис. 11.6), в яких упарювання відбувається в тонкій плівці рідини, що полегшує пароутворення та збільшує швидкість випарювання. Грушоподібна або круглодонна колба, обігрівана на водяній бані, обертається зі швидкістю від 10 об/хв до 600 об/хв, при цьому продуктивність випарювання складає від 150 мл/год до 1500 мл/год.

*Виморожування* – виділення розчинника у вигляді кристалів з розведеного розчину з метою збільшення концентрації розчиненої речовини, яка легко розкладається за звичайних умов.

Навіть за малої концентрації солі зниження температури викликає кристалізацію льоду, а в розчині збільшується концентрація розчиненої речовини. Тому, якщо розведений розчин речовини в скляній посудині помістити в кріостат (рис. 11.7), то через якийсь час у центральній частині посудини опиниться розчин більш високої концентрації, оточений оболонкою із замерзлого розчинника. Зниження температури розчинника припиняють, не доходячи до точки, у якій буде відбуватися спільна кристалізація льоду і розчиненої речовини.



Рис. 11.7. Лабораторний кріостат КРИО-ВІС-Т-03.

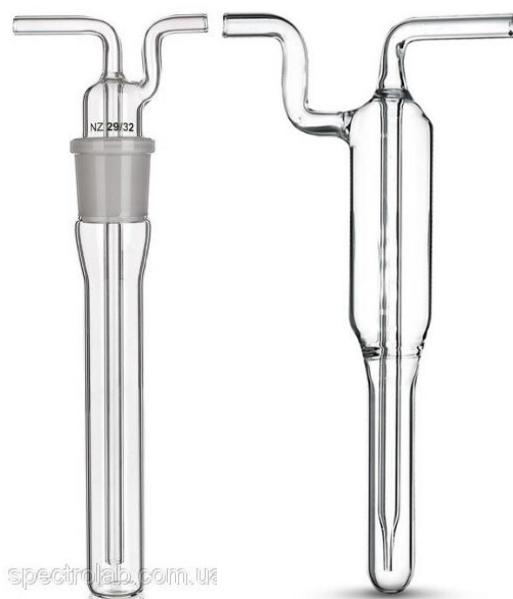


Рис. 11.8. Пальчиковий холодильник (ліворуч) та поглинач Зайцева.

Кріостати для процесу виморожування розчинника застосовувати не обов'язково, цілком придатні для цієї мети більше прості прилади. Зокрема, виморожувати будь-який розчинник з розведеного розчину



можна за допомогою пальчикового холодильника або поглинача (рис. 11.8), яким циркулює холодоагент. На такому холодильнику поступово виростає шар кристалів розчинника. У посудину можна опустити кілька таких холодильників або міняти їх по черзі, стежачи за температурою розчину за допомогою термометра.

### 11.3.2. Відокремлення твердої фази

Процес розділення неоднорідних систем за допомогою пористих перегородок, які затримують тверді частинки та пропускають рідку фазу, називають *фільтруванням*. Залежно від розмірів відокремлюваних від рідкої фази твердих частинок розрізняють такі види фільтрування:

- *звичайне фільтрування* (відокремлення частинок розміром більше 10 мкм);
- *мікрофільтрація* (для виділення колоїдних частинок з розміром від 0,1 мкм до 10 мкм);
- *ультрафільтрація*, яка дозволяє відокремлювати макромолекули з розміром від 0,01 мкм до 0,1 мкм;
- *нанофільтрація* – відокремлення частинок розміром від 0,002 мкм до 0,01 мкм.

Нанофільтрація за своєю ефективністю та механізмом дії близька до інших способів розділення, таких як зворотній осмос і діаліз, характеризується низькою селективністю та потребує застосування значних тисків і спеціальних мембран.

*Звичайне фільтрування* – одна з найбільш застосовуваних в лабораторній практиці операцій по відокремленню твердої фази від рідкої або газоподібної. Тверді частинки відокремлюються в процесі фільтрації суспензії або аерозолю через пористу перегородку з розміром пор,

набагато меншим, чим розміри частинок. Ефективність фільтрування залежить від середовища, температури, тиску, розмірів пор фільтра і затримуваних ним частинок. Чим більше розмір частинок суспензії в порівнянні з розмірами пор фільтра, тим легше йде фільтрування. Однак, за дуже малого розміру пор крізь фільтр може з ускладненням проходити навіть чистий розчинник. Тому для вибору фільтра насамперед треба встановити, чи буде вільно фільтруватися чистий розчинник, що не містить частинок. Якщо розмір частинок суспензії настільки малий, наприклад, як у колоїдних частинок з діаметром менше 0,001 мм, що звичайні фільтри їх вільно пропускають, то попередньо відокремлювані частинки укрупнюються центрифугуванням або коагуляцією (агломерація під дією деяких реагентів).

В'язкі суспензії, наприклад, гелі, відфільтрувати у звичайних умовах практично неможливо. У цьому випадку удаються до фільтрування за підвищених температур, зменшуючи в'язкість середовища і перетворюючи його в легкотекучу фазу. Збільшення швидкості фільтрації можна досягти також, проводячи процес під вакуумом. Однак зі збільшенням товщини шару осаду на фільтрі і його ущільнення під вакуумом швидкість відокремлення фільтрату зменшується. Тому варто експериментально встановлювати розмір товщини шару осаду над конкретним фільтром, за якого розділення фаз ще можливо. Фільтрування під вакуумом суспензій, які містять легко деформовані частинки, часто призводить не тільки до створення щільного шару осаду, але й до закупорювання пор фільтра.

Швидкість протікання суспензії через шар осаду не піддається теоретичному розрахунку, тому що залежить від багатьох змінних факторів: від випадкового розподілу в об'ємі осаду частинок різного розміру, їхньої форми та здатності до деформації, каналотворення, зміни розмірів частинок під час фільтрування і т.п. Якщо метою розділення фаз є

отримання прозорого фільтрату, а не чистого осаду, то для кращого відокремлення дрібних частинок перед фільтруванням додають невелику кількість порошкоподібного чистого активованого вугілля ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , промитого азбесту або целюлозної маси).

Найчастіше фільтрування проводять із використанням паперових фільтрів і гладеньких скляних лійок з довгим вузьким кінцем (рис. 4.9). Для фільтрування гарячих концентрованих розчинів застосовують лійки із широким укороченим кінцем, щоб уникнути забивання вузької трубки кристалами, що виділяються, під час охолодження фільтрату. Конусність всіх лійок коливається в інтервалі від  $58^\circ$  до  $62^\circ$ .

Для виготовлення фільтра квадратний шматок фільтрувального паперу, що відповідає розмірам взятої лійки, складають двічі, а потім обрізають ножицями так, щоб вийшов сектор кола (рис. 11.9, а). Фільтр складають у вигляді конуса, одна половина якого складається з трьох шарів паперу, а інша – з одного.

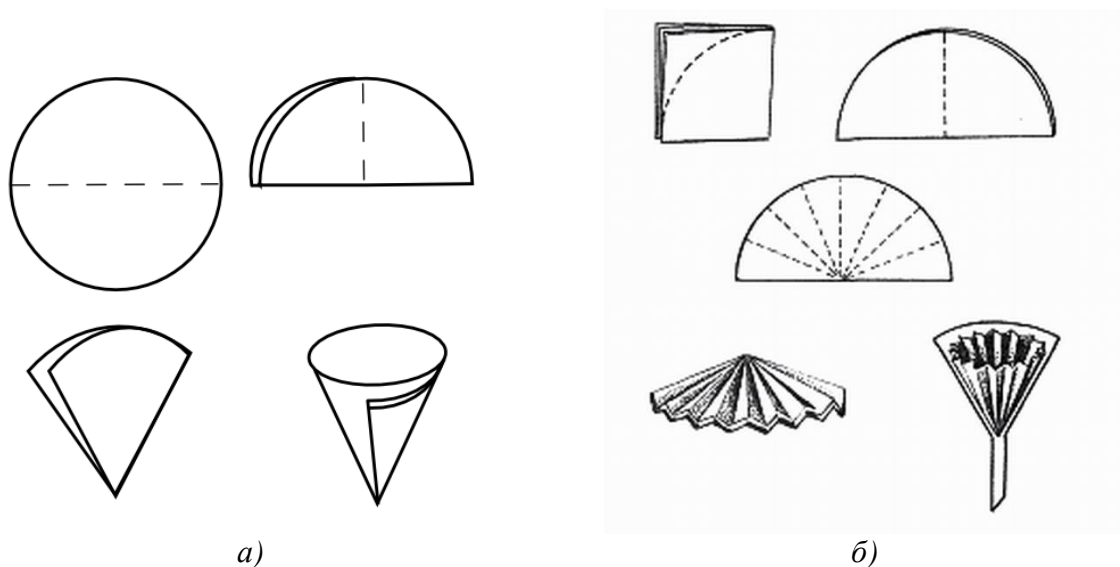


Рис. 11.9. Складання простого а) та складчастого б) паперового фільтра.

Простий гладенький фільтр повинен щільно прилягати до стінок лійки, особливо у верхній частині. Для цього рекомендують для вкладання

обрізаного фільтра згинати півколо не по середній лінії, а по близькій до неї паралельної лінії. Куточок складки у верхньому частині фільтра у потрібного шару відрізають для більш щільного прилягання фільтра до лійки і усунення проскакування бульбашок повітря уздовж по складці. Крім того, такий фільтр легше розкрити після фільтрації для висушування осаду. Краї фільтра повинні бути на 10 мм нижче країв лійки, а осад не повинен заповнювати фільтр більш ніж на  $\frac{1}{3}$  його висоти, тому що тонкий шар осаду має здатність підніматися по стінках фільтра. Для фільтрування лійку наповнюють суспензією тільки на  $\frac{3}{4}$  від об'єму фільтра, при цьому кінчик трубки її завжди повинен торкатись внутрішньої стінки посудини, у якій збирається фільтрат, щоб запобігти його розбризкуванню.

Для прискорення фільтрації, коли для наступних операцій потрібний фільтрат, а не осад, застосовують складчасті фільтри (рис. 11.9, б). Їх готують, поперемінно відгинаючи складки круглого фільтра то в один, то в інший бік, стежачи за тим, щоб лінії згину не сходилися в одну точку, інакше гострий кран фільтра може легко прорватися. Після згинання весь фільтр розвертають та вкладають у лійку.

Перед фільтруванням осаду дають відстоятися, потім обережно, не скаламучуючи осад, зливають рідину по паличці на фільтр – *декантують*. Скляну паличку прикладають до носика посудини з осадом, а нижній кінець палички підносять до фільтрувального паперу, не доторкаючись до нього. Рідині дають стікати по паличці в той бік, де розташований потрібний шар фільтрувального паперу у випадку гладкого фільтра, або то в одне, то в інше поглиблення складчастого фільтра. Вилити рідину на фільтр треба порціями, інакше вона може легко прорвати фільтрувальний папір.

Після того як через фільтр буде пропущена основний об'єм рідини, до осаду додають чистий розчинник, скаламучують осад скляною

паличкою і збовтують вміст посудини. Потім дають відстоятися суспензії і знову рідину пропускають через фільтр, повторюючи таку операцію 3...4 рази. Нарешті скаламучують осад останній раз і суспензію по паличці переносять на фільтр, не залишаючи в посудині ні однієї видимої частки осаду. Окремі його частинки змивають на фільтр невеликими порціями чистого розчинника. Такий порядок операцій фільтрування виконують тільки для гравіметричного аналізу. У роботі, пов'язаній із синтезом речовини, коли не потрібно повного переносу осаду на фільтр, обмежуються однією декантацією та промиванням осаду прямо на фільтрі.

*Фільтрування під зниженим тиском* проводять з метою збільшення швидкості фільтрування, особливо для відокремлення дуже дрібних осадів, і здійснюють його за допомогою різних пристроїв з порцеляни, скла або поліпропілену. Лійки Бюхнера (рис. 11.10, а, б) мають перфоровану перегородку, на яку укладають кружок фільтрувального паперу. Покладені на перфоровану перегородку кружки фільтрувального паперу не повинні знаходити на стінки лійки, їх розташовують від останніх приблизно на 1 мм. Кружки змочують чистою водою, після чого вони щільно прилягають до перегородки з отворами. За необхідності краї фільтра притискають полімерним циліндриком або скляною паличкою до перегородки. Потім лійку з колбою Бунзена (рис. 4.2, м) приєднують до водоструминного насоса за допомогою гумового шланга (рис. 11.10, в), трохи відкривають його і переконуються у відсутності під кружками повітряних порожнин пухирців. Тільки після такої перевірки, не вимикаючи водоструминного насоса, у центральну частину фільтра наливають по скляній паличці суспензію, рівномірно розподіляючи її по всій площі фільтра. Якщо осад пухкий, то його злегка ущільнюють скляною паличкою із пласкою лопаточкою. Відсмоктування припиняють, коли в колбу Бунзена перестає надходити з осаду на фільтрі рідина

(фільтрат). Спочатку від'єднують від водоструминного насоса колбу Бунзена, знявши з її тубуса гумовий шланг або закривши кран, що розташований на шлангу, а потім виключають насос. Колбу Бунзена приєднують до водоструминного насоса тільки через запобіжну склянку.

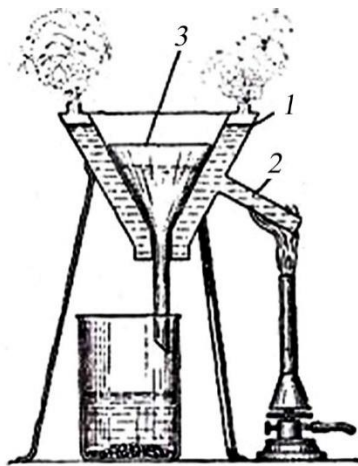


Рис. 11.10. Порцелянова а) та скляна б) лійки Бюхнера та установка для фільтрування під вакуумом в): 1 – лійка Бюхнера; 2 – фільтр з шаром осаду; 3 – колба Бунзена; 4 – запобіжна склянка Салюцо-Вульфа; 5 – водоструминний насос.

Якщо в процесі фільтрування тонкої суспензії утвориться мутний фільтрат, то його ще раз пропускають через той же фільтр, що дозволяє очистити фільтрат і сильніше ущільнити осад на фільтрі. Іноді цю операцію повторюють 2–3 рази, поки фільтрат не стане прозорим. Рівень рідини в колбі Бунзена під час фільтрування не повинен доходити до бічного відростка. За накопичення рідини колбу періодично спорожняють, попередньо відключивши триходовим краном насос і знявши лійку Бюхнера з осадом. Зняту лійку не кладуть на стіл, а ставлять у вертикальному положенні в порцелянову склянку або в кільце лабораторного штатива.

Для фільтрування під вакуумом всі посудини для збирання фільтрату треба обертати рушником або міцною полімерною сіткою, щоб унеможливити дослідника від скалок скла, які можуть з'явитися через розрив посудин атмосферним тиском. Роботу з посудинами, які перебувають під вакуумом, з тієї ж причини рекомендують проводити тільки в захисних окулярах.

*Фільтрування за нагрівання* або фільтрування гарячих розчинів проводять переважно з використанням лійок із сорочками. Через сорочки пропускають теплоносії з певною температурою з термостата або їх виготовляють з керамічного матеріалу та застосовують електронагрівання (рис. 11.11). Якщо потрібне нагрівання до 90 °С, то сорочку лійки приєднують до водяного парогенератора. Нагріту суспензію фільтрують також за допомогою металевої лійки, у яку поміщають скляну лійку. У металевій сорочці під час фільтрування кипить рідина, яка нагрівається у відростку, а пара конденсується у зворотному холодильнику. Відросток нагрівають або газовим пальником, або знімним електронагрівником. Залежно від температури, необхідної для фільтрації, у сорочку заливають відповідну рідину.



a)



б)

Рис. 11.11. Лійка для гарячого фільтрування з обігрівом газом а) та електрична б): 1 – латунна лійка; 2 – бічний відросток для нагрівання; 3 – скляна лійка з фільтром.

### 11.3.3. Кристалізація речовин з розчинів

Кристалізація речовини з розчину – це процес переходу розчиненої речовини з рідкої фази в кристалічну. Звичайно він супроводжується появою безлічі дрібних монокристалів, тому зветься масовою кристалізацією. Кристалізацію в лабораторній практиці зазвичай застосовують для очищення твердих речовин і вона базується на різниці розчинності твердих речовин за різних температур.

Масова кристалізація викликана одночасним виникненням у пересиченому розчині багатьох *центрів кристалізації*, що може відбуватися за охолодження розчину або його нагрівання залежно від знаку зміни теплоти розчинення речовини в конкретному розчиннику. Масову кристалізацію можна викликати не тільки зміною температури розчину, але й видаленням частини розчинника випарюванням розчину або введенням іншого розчинника (*висолювання*). За масової кристалізації речовини з розчину відбувається перерозподіл домішок між рідкою фазою, що залишається (фільтратом, матковим розчином) і кристалами. Домішки або накопичуються в матковому розчині, або в кристалах. Зустрічаються



випадки, коли вони майже рівномірно розподіляються між твердою і рідкою фазами і очищення кристалів не відбувається.

Якщо кристалізація речовини викликана зниженням температури розчину, то її називають *ізогідричною*, оскільки в цьому процесі кількість розчинника не змінюється. Якщо ж масову кристалізацію проводити за рахунок часткового видалення розчинника шляхом випарювання розчину, то це буде *ізотермічна* кристалізація, тому що випарювання насиченого розчину відбувається за сталої температури кипіння. Нарешті, кристалізація малорозчинної речовини може відбуватися через хімічну взаємодію двох або більше розчинених речовин. Тоді її називають *хімічною кристалізацією*, або осадженням речовини.

*Ізогідричну кристалізацію* проводять у лабораторіях найпростішим способом – у хімічних склянках з мішалкою після попереднього упарювання розчину до появи на поверхні рідини невеликої кірки дрібних кристалів. Звичайно склянку, обладнану термометром і мішалкою, з насиченим розчином занурюють або у ванну з охолодною сумішшю, або в посудину із проточною водопровідною водою, або застосовують кріостати (рис. 11.7). Для контролю за кінцевою температурою кристалізації, якщо це необхідно, у склянку поміщають термометр. По закінченні кристалізації склянку витягають із ванни і кристали відфільтровують від маткового розчину на лійці Бюхнера або іншому фільтруючому пристрої. Щоб уникнути утворення дрібних кристалів, мішалку або циркуляцію охолодної рідини включають через деякий час після поміщення склянки з нагрітим розчином в охолодне середовище. Кристали, що ростуть в ході перемішування розчину у зваженому стані, захоплюють меншу кількість маткового розчину і виходять більш чистими, ніж в процесі кристалізації без перемішування.

*Ізотермічну кристалізацію* проводять в установках, що дозволяють упарювати розчини, наприклад роторних упарювачах (рис. 11.6). За ізотермічної кристалізації процеси випарювання і кристалізації об'єднані в одну операцію.

Додавання до концентрованого водного розчину солі органічного розчинника, що змішується з ним, але мало розчинює сіль, яка перебуває в розчині, призводить до пересичення розчину і виділення солі – відбувається *висолювання*. У якості висолювачів застосовують не тільки органічні розчинники, але і кислоти, що мають із розчиненою сіллю загальний аніон. Кристалізацію органічних речовин з їхніх розчинів в органічних розчинниках може викликати такий висолювач, як вода. Відомі випадки застосування в якості висолювачів газів, які утворюють із розчинником кислоти.

Застосування висолювачів виправдане в тих випадках, коли розчинність солі у воді велика і вихід кристалів в ізогідричній і ізотермічній кристалізаціях невеликий. Кристалізатором для використання висолювачів може слугувати звичайна хімічна склянка з мішалкою, у яку одночасно або послідовно вводять концентрований водний розчин солі і органічний розчинник. Для збільшення виходу кристалів склянку додатково охолоджують. Коли чистота виділюваного продукту не відіграє істотної ролі, висолювання здійснюють, додаючи до нагрітого концентрованого розчину речовини розчин висолювача. Зокрема, для виділення деяких органічних речовин з їхніх водних розчинів застосовують концентрований водний розчин хлориду натрію NaCl. Ця речовина обрана в якості висолювача тому, що розчинність її мало залежить від температури і можна не хвилюватись, що вона випаде за охолодження розчину в осад разом із очищеною твердою речовиною.

## Завдання для самоконтролю до розділу 11

1. Дайте визначення поняттям: розчин, розчинник, насичені і пересичені розчини, розчинність.
2. Опишіть техніку розчинення кристалічної речовини в рідині.
3. Опишіть призначення операції перемішування та способи її реалізації.
4. Опишіть призначення операції випарювання та наведіть найбільш поширені випадки елементарної техніки випарювання.
5. Опишіть призначення та апаратурне оформлення операції вакуумного випарювання.
6. Опишіть призначення та апаратурне оформлення операції виморожування.
7. Кристалізація речовини з розчину. Опишіть призначення операції та види кристалізації.
8. Опишіть призначення та апаратурне оформлення операції ізотермічної кристалізації.
9. Опишіть призначення та апаратурне оформлення операції ізогідричної кристалізації.
10. Опишіть процес висолювання як метод кристалізації та його відмінність від хімічної кристалізації.

## **РОЗДІЛ 12.**

### **РОБОТА З ГАЗАМИ**

У лабораторній практиці гази використовують для синтезу речовин і створення захисної атмосфери в зоні реакції, що оберігає реагенти від впливу компонентів повітря. Гази в процесі робіт необхідно стискати, перетворювати у рідкий стан; від них звільняють посудини, якщо потрібний вакуум. Для отримання газів і їхнього зберігання потрібні спеціальні пристрої. Багато труднощів виникає в дослідника в ході очищення газів від домішок. Можна сказати, що експерименти з газами в порівнянні з дослідженнями, у яких використовують тверді і рідкі речовини, є найбільш складними в технічному відношенні.

#### **12.1. Пристрої для отримання газів**

Можна виділити такі способи отримання газів:

- хімічний;
- термічний;
- електрохімічний.

Пристрої для отримання газів хімічною взаємодією реагентів є найбільш простими, але не надто продуктивними. Термічне розкладання речовин дозволяє реалізувати його у порівняно невеликих за габаритами посудинах, проте вимагає нагрівання та є малопродуктивним. Пристрої для отримання газів в результаті електрохімічного перетворення речовин є найбільш складними в технічному відношенні, але разом з тим вони

дозволяють отримувати найбільш чисті речовини та відрізняються простотою регулювання продуктивності.

### 12.1.1. Пристрої для отримання газів в результаті хімічної взаємодії

Апарати для отримання газів в результаті хімічної взаємодії реагентів умовно можна розділити на групи [3], [6], [11], [21], [25]:

1) апарати для взаємодії твердих речовин з рідиною, яка підводиться до речовини знизу;

2) апарати для взаємодії твердих речовин з рідиною краплинної дії;

3) апарати для взаємодії рідини з рідиною.

Хімічна взаємодія твердого та рідкого реагентів дозволяє отримувати найбільш затребувані в лабораторії газоподібні речовини (табл. 12.1) [25], але вони завжди забруднені продуктами побічних реакцій та домішками з атмосферного повітря. Найбільш простим із апаратів першої групи є *апарат Сент-Клер-Девіля* (рис. 12.1, а). Апарат складається із двох склянок з нижніми тубусами. У праву склянку поміщають на дно шар зі скляної або полімерної вати, а на цей шар – тверду речовину. У ліву склянку заливають рідкий реагент. Підніманні лівої склянки змушує реагент проходити гумовим шлангом і просочувати шар вати до твердої речовини, що спричиняє між ними реакцію з виділенням газу, який виходить через газовивідний кран. Коли газ не потрібний, склянку з рідиною опускають униз, видаляючи тим самим рідину із твердої речовини. Залишки рідини видавлюються надлишковим тиском газу. У такому апараті відпрацьовану рідину можна легко замінити свіжою.

*Апарат Кінна* (рис. 12.1, б) широко використовується майже у всіх лабораторіях. Він складається з колби-реактора 4, у яку, вийнявши верхню колбу 2, завантажують шматочки твердого реагенту. У нижню частину

Таблиця 12.1. Отримання газів хімічною взаємодією твердого та рідкого реагентів

Газ	Твердий реагент	Рідкий реагент
Водень $H_2$	Гранули цинку	Розчин $HCl$ (20 %) або $H_2SO_4$ (15 %)
	Алюмінієвий дріт	Розчин $KOH$ (20 %)
Діоксид карбону $CO_2$	Шматки мармуру $CaCO_3$	Розчин $HCl$ (20 %)
Сірководень $H_2S$	Гранули феруму (II) сульфїду $FeS$	Розчин $HCl$ (15 %)
	Гранули кальцій сульфїду $CaS$	Розчин $HCl$ (10 %)
Хлор $Cl_2$	Гранули хлорного вапна $Ca(OCl)_2$ (вміст 35 %)	Розчин $HCl$ (20 %)
	Порошок або гранули $MnO_2$	Розчин $HCl$ (36 %)
	Кристали калій перманганату $KMnO_4$	Розчин $HCl$ (36 %)
Кисень $O_2$	Порошок або гранули $MnO_2$	Суміш розчинів 1 л 3 %-вий $H_2O_2$ та 150 мл 96 %-ва $H_2SO_4$
	Гранули хлорного вапна $Ca(OCl)_2$ (вміст 35 %)	Суміш розчинів 1 л 3 %-вий $H_2O_2$ та 150 мл 36 %-ва $HCl$
Ацетилен $H_2C_2$	Шматки або гранули карбїду кальцію $CaC_2$	Вода $H_2O$

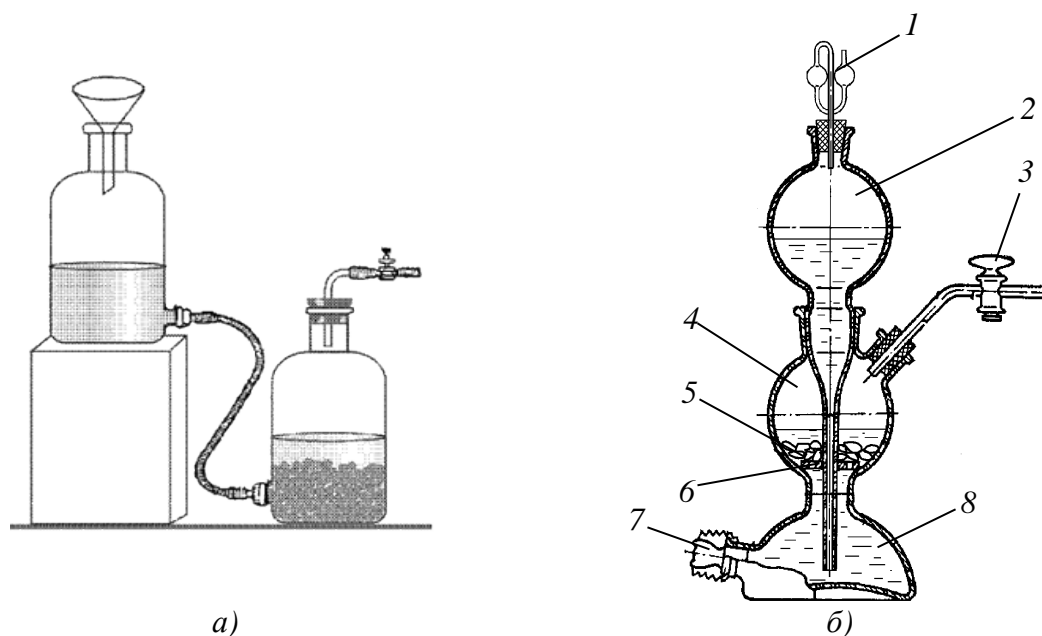


Рис. 12.1. Апарати для отримання газів конструкції Сент-Клер-Девїля *a*) та Кїппа *б*):  
 1 – затвор; 2 – напірна колба; 3 – кран; 4 – реакційна колба; 5 – твердий реагент;  
 6 – керамічний вкладиш; 7 – зливний корок; 8 – нижній резервуар з рідким реагентом.

колби вставлений вкладиш *б* у вигляді керамічного перфорованого конуса. Вкладиш запобігає потраплянню частинок твердого реагенту в нижній резервуар. Після завантаження твердої речовини в колбу *4* напірну колбу *2* встановлюють на місце, змастивши попередньо шліфовані поверхні. Через лійку наливають в апарат рідкий реагент у такій кількості, щоб колба *4* була заповнена наполовину, при цьому кран випуску газу повинен бути відкритий. Утворений газ випускають із колби протягом 10 хв для повного витиснення повітря. Потім кран закривають, і рідина під тиском утвореного газу витісняється через резервуар *8* у колбу *2*. У цій операції кран під лійкою повинен бути відкритий. Пробка *7* резервуара *8* потрібна для видалення з апарата відпрацьованої рідини, і для попередження підтікання вона повинна бути ретельно пришліфована і змащена. Для попередження виходу газу і пари рідкого реагенту колбу *2* закривають запобіжною посудиною – затвором *1*, заповненим невеликою кількістю води.

Відмінністю апаратів другого типу – для отримання газів взаємодією твердих речовин з рідиною краплинної дії – є повне використання рідкого реагенту. Він не змішується після припинення реакції зі свіжими порціями, тому що надходить по краплях до твердого реагенту, який знаходиться в реакційній посудині. Раніше були розповсюджені апарати різних типів, які по суті являли собою склянки Салюцо-Вульфа (рис. 12.2, а), в горловини яких через гумові пробки були встановлені дозуючі ємності з капілярними трубками. Проте подібні посудини потребують значної витрати реагенту для отримання чистого газу, тому на практиці більш зручними у використанні є невеликі колби та пробірки з газовідвідними рубками, в широку горловину яких встановлюють крапельну чи ділильну лійку як дозатор рідкого реагенту (рис. 12.2, б).

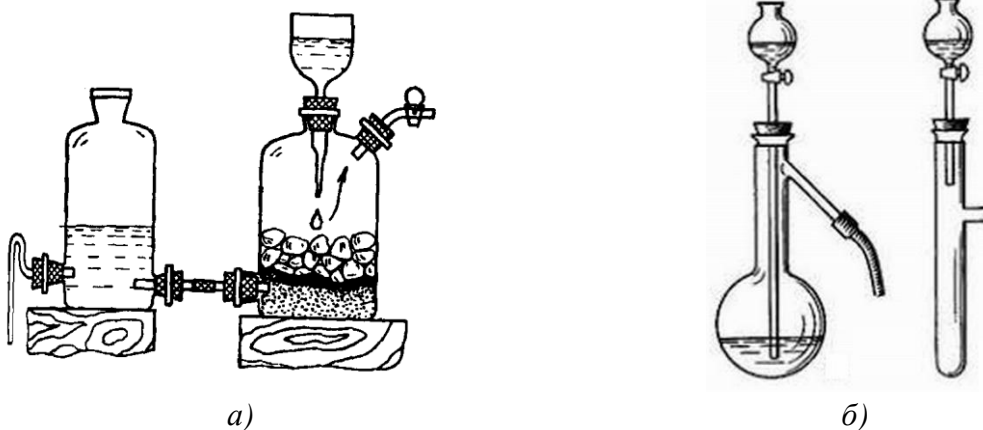


Рис. 12.2. Апарати для отримання газів конструкції Парсонса а) та крапельні б).

Пристрої для отримання газів в результаті змішування двох рідких реагентів дають більш рівномірний потік утвореного газу і сприяють меншому перегріву рідини в реакційній колбі. Наприклад, з наявного в лабораторії посуду можна скласти апарат (рис. 12.3), в якому обидві рідини одночасно стікають із ділильних лійок 1 у посудину 2, наповнену скловатою або обрізками невеликих скляних трубок. На поверхні вати або трубок рідини змішуються і вступають у реакцію з виділенням газу. Апарат зручний тим, що в ньому можна регулювати витрату рідин.

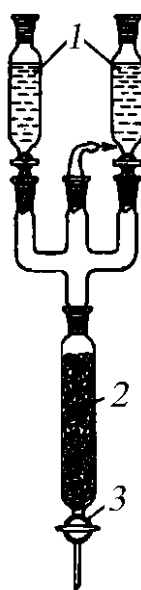


Рис. 12.3. Апарат для отримання газів взаємодією двох рідин: 1 – лійки з рідкими реагентами; 2 – реакційна лійка з насадкою зі скловати; 3 – кран для зливання продуктів реакції.



Найбільшого поширення подібні апарати набули для отримання сухого гідрогенхлориду  $\text{HCl}$  в результаті взаємодії розчинів сульфатної та хлоридної кислот або для отримання діоксиду карбону взаємодією розчинів сульфатної кислоти та питної соди  $\text{NaHCO}_3$ .

### 12.1.2. Апарати отримання газів термічним розкладанням речовин

Апарати такого типу найчастіше являють собою колби або пробірки, які нагрівають у полум'ї газового пальника або за допомогою електронагрівача (рис. 12.4). Отримуваний при цьому газ виходить через трубку і його збирають в окремій посудини для зниження температури та конденсації окремих компонентів, що можуть випаровуватись через нагрівання вихідної речовини. Зокрема, таким чином в лабораторії можна отримувати чистий кисень розкладанням калій перманганату або калій хлорату. Через малу продуктивність такі апарати застосовують лише для демонстраційних та короткочасних дослідів.

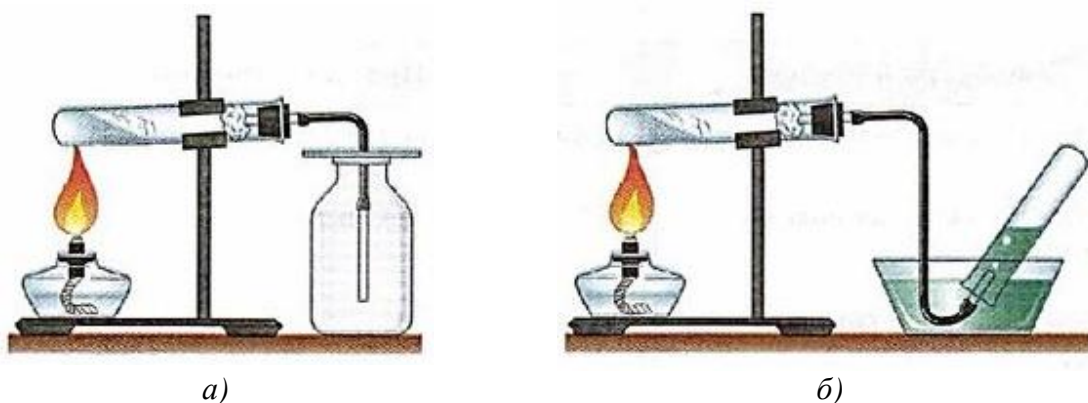


Рис. 12.4. Отримання газ термічним розкладання речовини коли газ важчий за повітря *a)* або легше за повітря *б)*.

### 12.1.3. Апарати отримання газів електрохімічним розкладанням речовин

Використання електролізу дозволяє отримати в лабораторії одразу декілька речовин в чистому вигляді (табл. 12.2). Конструкційно комірка для отримання газів являє собою U-подібну трубку (рис. 12.5), в коліна якої встановлюють електроди з графітових або металевих стрижнів чи пластин, закріплених в гумових пробках для попередження непродуктивних втрат газів. Заповнену відповідним розчином комірку закріплюють в штативі, встановлюють електроди та під'єднують до джерела постійного струму з напругою від 10 В до 20 В. Газ через бічні газовідвідні трубки виводиться з електролізера і збирається у перевернуті колби (пробірки, циліндри) чи безпосередньо використовується.

Таблиця 12.2. Отримання газів хімічною взаємодією твердого та рідкого реагентів

Розчин	Матеріал катода	Катодні продукти	Матеріал анода	Анодні продукти
20 % КОН або 15 % NaOH	Графіт або сталь	Водень $H_2$	Графіт або сталь	Кисень $O_2$
25 % NaCl	Графіт або сталь	Водень $H_2$ та луг NaOH	Графіт або платина	Хлор $Cl_2$
20 % HCl	Графіт	Водень $H_2$	Графіт або платина	Хлор $Cl_2$
5 % $Na_2C_2O_4$ або 10 % $H_2C_2O_4$	Графіт	Водень $H_2$	Графіт або платина	Діоксид карбону $CO_2$

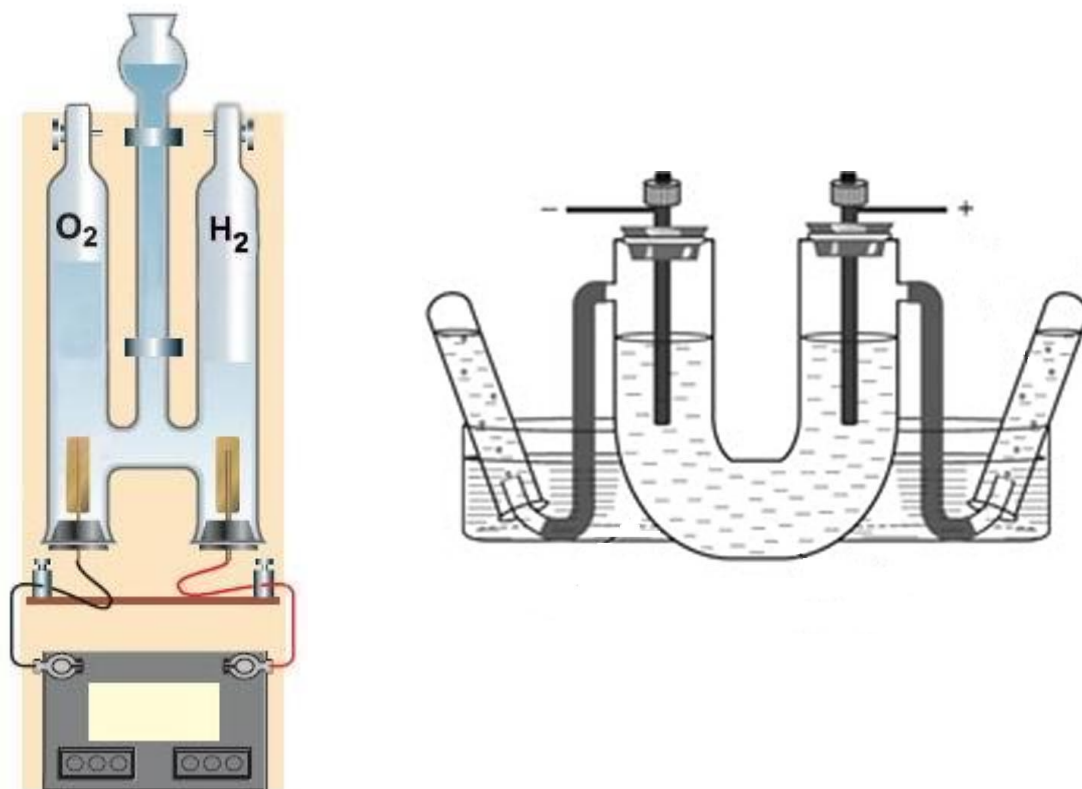


Рис. 12.5. Лабораторні апарати для отримання газів електролізом.

## 12.2. Очищення та осушування газів

Гази перед використанням у тих або інших хімічних операціях необхідно очищати від домішок механічним способом або за допомогою різних хімічних реагентів.

### 12.2.1. Сухе очищення газів

З метою запобігання поглинання з повітря вологи і  $\text{CO}_2$  часто вживаними рідинами або розчинами солей у склянки вставляють так звані *хлоркальцієві трубки* (рис. 12.6, а), наповнені натронним вапном (суміш гідроксидів натрію та кальцію) або іншими поглиначами, зверху і знизу поглинача поміщають шар скляної або полімерної вати. Подібні посудини

застосовуються і для очищення газових потоків, зокрема, *U-подібні трубки* заповнюють реагентами у вигляді зерен завбільшки з горошину, що не розпливаються в процесі поглинання домішок і не утворюють при цьому рідкої фази, що може створити пробку у вигині трубки і викликати тим самим її розрив.

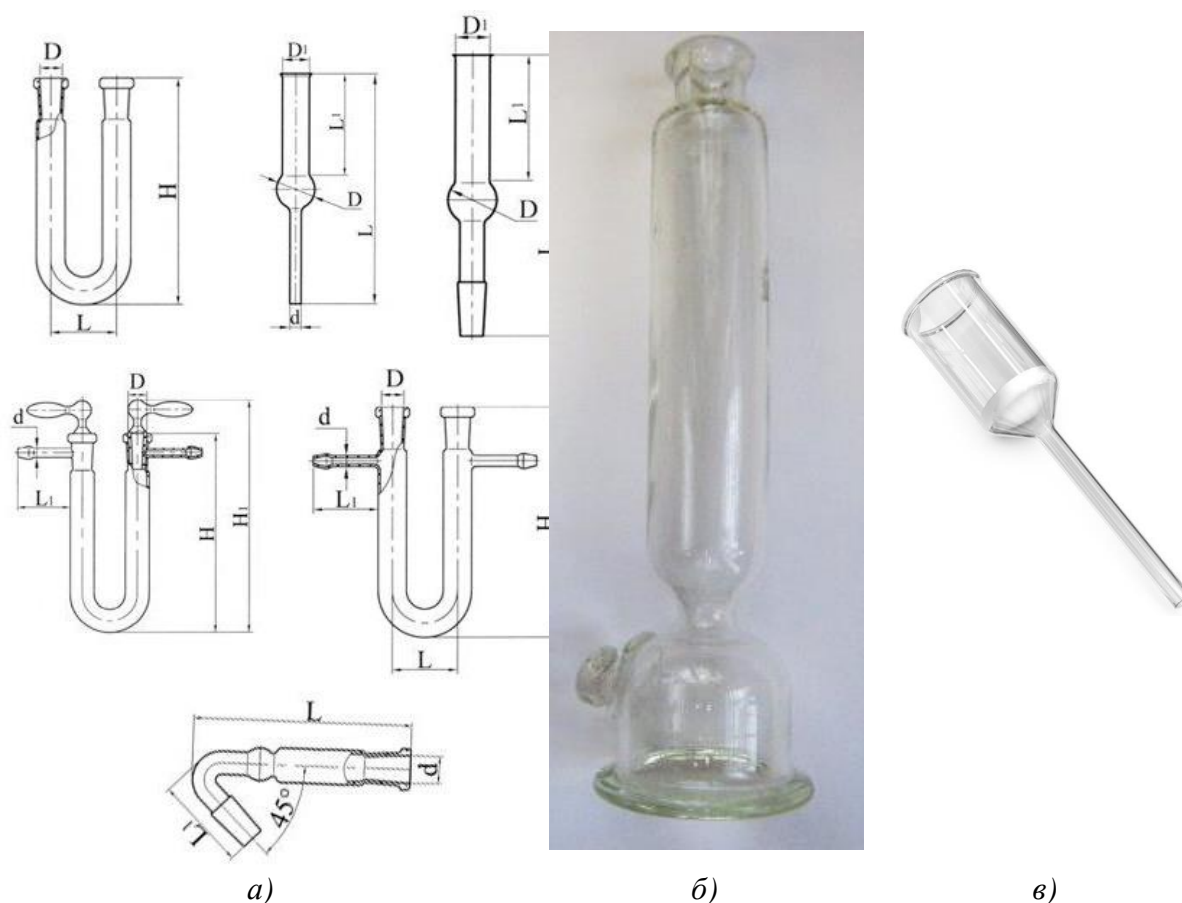


Рис. 12.6. Посудини для сухого очищення газу: хлоркальцієві трубки різної конструкції а), колонка Фрезеніуса б), фільтруюча лійка Шотта в)

Вибір осушувача для конкретного газу повинен бути досить ретельним. Так, фосфору (V) оксид  $P_4O_{10}$  не можна застосовувати для осушення аміаку, галогеноводнів, галогенів і сірководню, які взаємодіють з ним з утворенням різних продуктів. Безводний  $CaCl_2$  не застосовують для

осушення аміаку, амінів, спиртів, галогеноводнів і бромів. Для осушення майже всіх газів без органічних домішок можна використати  $Mg(ClO_4)_2$ .

Швидкість потоку газу через осушувач підбирають експериментально. Перед заповненням посудин поглиначі перетворюють у зерна й шматочки, а деякі осушувачі ( $P_4O_{10}$ ,  $CaCl_2$  та ін.) попередньо змішують зі скляною або полімерною ватою, що зменшує злежуваність, можливість каналотворення і появу зон, недоступних для газу. Застосовувати азбестову вату для цієї мети не рекомендується через можливе забруднення газу продуктами механічної й хімічної деструкції азбесту.

Поглиначальний *стовпчик Фрезеніуса* (рис. 12.6, б) використовують для видалення з азоту, кисню, водню і інертних газів домішок  $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $SO_2$ ,  $H_2S$ ,  $HCl$  та інших домішок кислотного характеру, взаємодіючих із твердими реагентами типу натронного вапна або натронного азбесту. Твердий реагент засипають у стовпчик на пористу пластинку і зверху закривають шаром скляної вати для запобігання винесення дрібних частинок поглиначача з потоком газу, який подається в нижню частину стовпчика. Замість пористої пластинки у вузьке місце стовпчика вставляють тампон зі скляної або полімерної вати.

Видалення аерозолів – розпорошених у повітрі твердих частинок – проводять на кінцевій стадії очищення. Грубі частинки розміром більше  $10^{-3}$  мм відокремлюють від газу за допомогою фільтрів з пористого фторопласта або пористого скла, пластинки якого впаюють у різні скляні посудини (рис. 12.6, в).

### 12.2.2. Мокре очищення газів

ДВ деяких випадках сухе очищення є малоефективним через малий час контакту газу із твердою фазою поглинача. Для мокрого очищення газів застосовують рідкі реагенти. В цих випадках застосовують мокре очищення, яке проводять з використанням промивних склянок (рис. 4.4) або зрошувальних стовпчиків (рис. 12.7). Всі вони містять інертну до рідкого поглинача і очищуваного газу насадку з розвиненою поверхнею. Такою насадкою слугують короткі обрізки невеликих скляних трубок, дрібні шматочки порцеляни, скляні намистини (від 3 мм до 5 мм), шматочки плавленого скла та ін. У зрошувальних колонках досить великі як час зіткнення газу з рідким реагентом, так і поверхня контакту фаз, та низький гідродинамічний опір потоку газу.

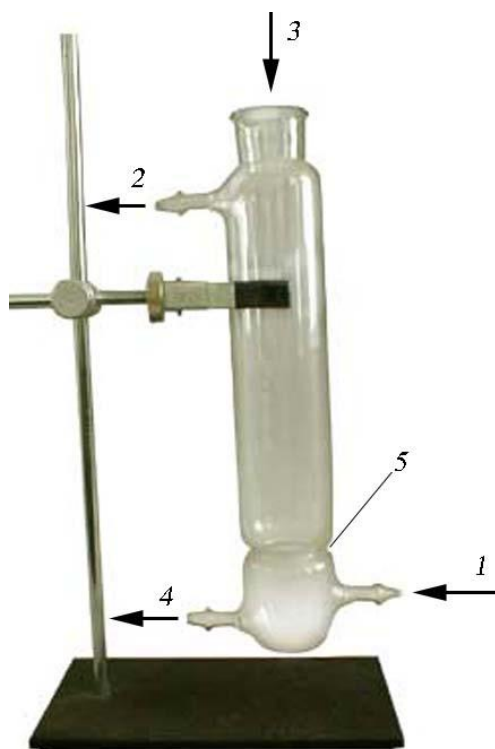


Рис. 12.7. Зрошувальна колонка для мокрого очищення газу: 1 – трубка введення очищуваного газу; 2 – вихід очищеного газу; 3 – подача рідкого осушувача; 4 – відведення відпрацьованого осушувача; 5 – звуження для закладання насадки.

Як рідкий осушувач часто застосовують сульфатну кислоту. Її не можна використовувати для видалення слідів вологи з аміаку, галогеноводнів,  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{PH}_3$ ,  $\text{AsH}_3$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{C}_2$ ,  $\text{NO}$ . Сульфатну кислоту застосовують для осушення переважно інертних газів, хлору і бромю, діоксидів карбону та сульфуру, монооксиду карбону і метану. У поглинальні стовпчики зазвичай не заливають  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , а просочують нею шматочки пемзи або кізельгуру (діатоміту). Осушувані гази не повинні містити домішки органічних речовин, оскільки вони відновлюють  $\text{H}_2\text{SO}_4$  до  $\text{SO}_2$ , що супроводжується появою в кислоти коричневого забарвлення. Подібно всім рідким осушувачам і поглиначам, сульфатна кислота може розпорозуватися в потоці газу з утворенням стійкого туману. Тому після промивалок і колонок з  $\text{H}_2\text{SO}_4$  газ необхідно пропускати через шар (до 50 см) прожареної азбестової вати або активованого вугілля.

### 12.3. Вимірювання тиску газу

Тиск (символ  $P$ , одиниця вимірювання – паскаль Па) – фізична величина, що визначається силою  $F$  (Н) яка діє перпендикулярно площині і рівномірно по її площі  $S$  ( $\text{m}^2$ ) розподілена:

$$P = \frac{F}{S}.$$

В системі СІ  $1 \text{ Н/м}^2 = 1 \text{ Па}$ ; разом з тим широко застосовуються і позасистемні одиниці вимірювання:  $1 \text{ атм} = 101325 \text{ Па}$ ; позасистемна одиниця тиску "1 бар" дорівнює  $10^5 \text{ Па}$ . Традиційно для вимірювання тиску широко застосовують ртутні і водяні манометри, і з ними зв'язані ще дві одиниці вимірювання тиску: міліметр ртутного стовпа, скорочено –

мм рт. ст., або торр, і міліметр водяного стовпа, скорочено – мм вод. ст. Одиниця тиску 1 торр дорівнює гідростатичному тиску стовпа ртуті висотою 1 мм на пласку основу за температури 0 °С. Одиниця тиску 1 мм вод. ст. дорівнює гідростатичному тиску стовпа води висотою 1 мм на пласку основу за температури +4 °С. Співвідношення між одиницями вимірювання тиску:

$$1 \text{ торр} = 133,322 \text{ Па};$$

$$1 \text{ атм} = 760 \text{ торр};$$

$$1 \text{ торр} = 13,5951 \text{ мм вод. ст.};$$

$$1 \text{ мм вод. ст.} = 9,807 \text{ Па};$$

$$1 \text{ мм вод. ст.} = 7,678 \cdot 10^{-2} \text{ торр}.$$

Якщо тиск нижче за атмосферний, то його називають *залишковим*. Різницю між атмосферним та залишковим тиском називають *вакуумом* або *розрідженням*, при цьому виділяють області низького (до 665 Па), середнього (до 0,133 Па), високого (до  $1,33 \cdot 10^{-5}$  Па) та надвисокого (до  $1,33 \cdot 10^{-10}$  Па) вакууму.

Для вимірювання тиску застосовують рідинні, мембранні, пружинні, теплові і електричні *манометри* різних конструкцій з використанням простих і складних електронних і оптичних схем. Манометри, призначені для вимірювання атмосферного тиску, називають *барометрами*, для вимірювання тиску нижче атмосферного – *вакуумметрами*, а для вимірювання різниці двох тисків – *дифманометрами*, або *диференціальними манометрами*.

*Рідинні манометри* – найпростіші і точні прилади для вимірювання тиску. У такому пристрої вимірюваний тиск (вакуум) або різниця тисків урівноважуються тиском стовпа манометричної рідини, що заповнює посудину. Діапазон вимірювання тиску рідинними манометрами – від  $10^{-4}$  Па до  $2 \cdot 10^5$  Па.



Ртутний манометр був винайдений в 1644 р. італійським фізиком Еванджеліста Торрічеллі, коли той намагався визначити величину атмосферного тиску (рис. 12.8, а). З того моменту конструкція ртутного барометру майже не змінилась – основним елементом є вертикальна скляна трубка, заповнена ртуттю; верхній кінець трубки запаяний, а нижній – занурений у чашу зі ртуттю (рис. 12.8, б, г). Дещо менші габарити має U-подібна конструкція барометра (рис. 12.8, в), в якому короткий відкритий кінець трубки має розширення.

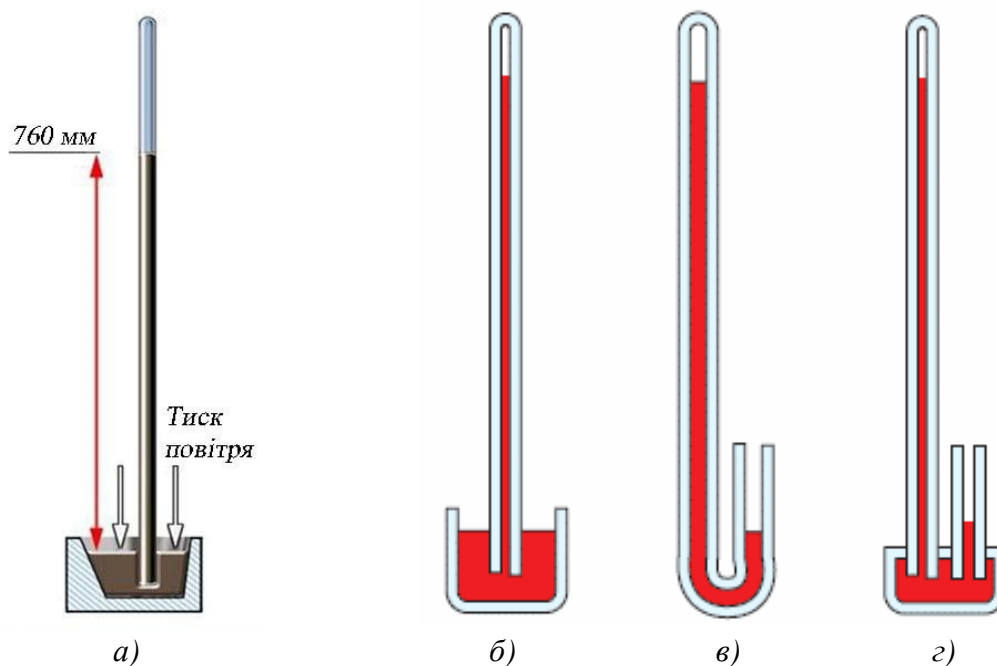


Рис. 12.8. Дослід Торрічеллі з визначення атмосферного тиску а) та ртутні барометри: чашковий б), сифонний в), сифонно-чашковий г).

Рідинні манометри застосовують в основному для визначення тиску в лабораторних умовах і для перевірки інших манометрів. Манометричною рідиною в рідинних манометрах найчастіше є ртуть, а у малих діапазонах вимірювання тиску – вода, етанол, толуол, силіконова олива. Ртуть за звичайних умов має дуже невеликий тиск пари і малу здатність розчиняти гази. Однак високий поверхневий натяг ртуті призводить до того, що її

меніск навіть у досить широких трубках має опуклий вид. Обумовлена цим явищем похибка вимірювань для манометричних трубок із внутрішнім діаметром 8 мм становить приблизно мінус 0,07 мм, а з діаметром 16 мм – приблизно мінус 0,01 мм.

U-подібні трубки набули використання також для виготовлення дифманометрів і манометрів (рис. 12.9, а) та вакуумметрів (рис. 12.9, б). Мірою тиску в них є величина різниці положення стовпчиків рідини в колінах трубки.

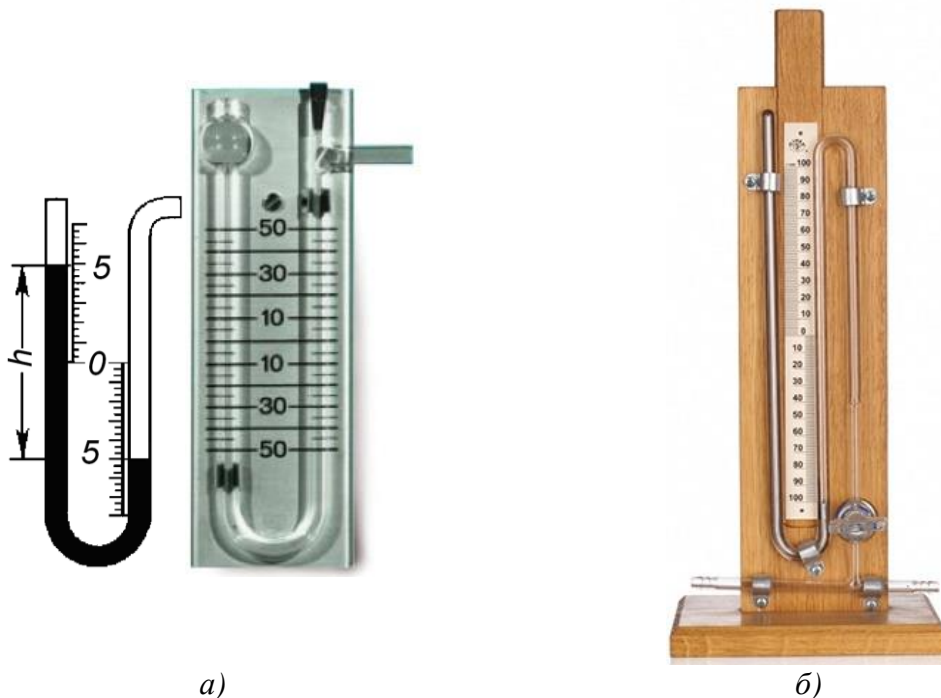
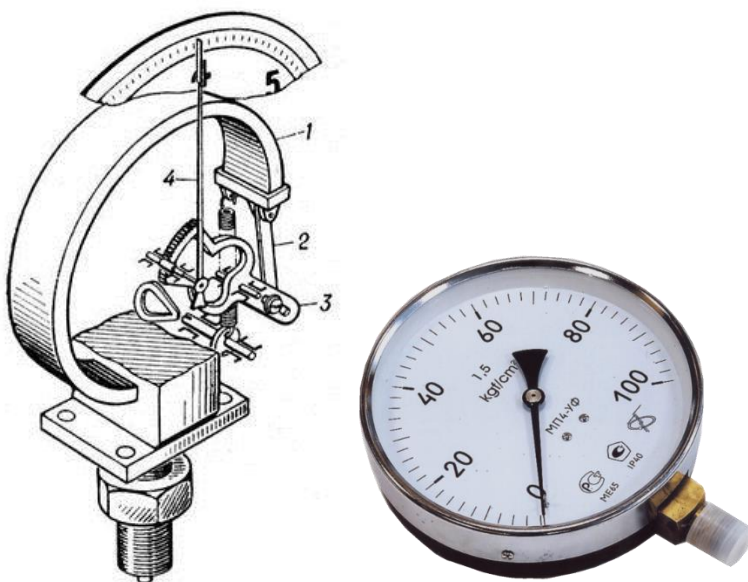


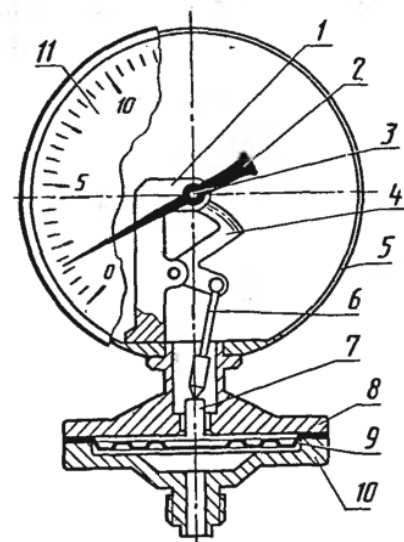
Рис. 12.9. U-подібні рідинні манометри а) та вакуумметр б).

Рідинні манометри разом з високою точністю та простотою мають значні габарити, які визначаються величиною вимірюваного тиску або розрідження, вимагають певної просторової орієнтації та є достатньо крихкими. Вказаних недоліків майже позбавлені *деформаційні манометри*, в яких тиск або розрідження врівноважуються силами пружної протидії різних чутливих елементів, деформація яких, пропорційна вимірюваному

параметру, через важелі передається на стрілку або перо приладу. Зі зникненням навантаження чутливий елемент повертається на вихідну позицію під впливом пружної деформації. Найпростіший трубчастий манометр (рис. 12.10) має порожнисту, вигнуту дугою трубку, один кінець якої приєднаний до ємності, в якій вимірюється тиск, другий, запаяний кінець – до важеля передавального механізму. Зі зміною тиску трубка деформується, переміщення її кінця через передавальний механізм передається на стрілку, яка вказує тиск за шкалою. Поряд з трубчастою пружиною в манометрах часто застосовують мембрану або сильфон (рис. 12.11).



*Рис. 12.10.* Трубчастий деформаційний манометр:  
1 – трубка Бурдона; 2 – важіль передавального механізму; 3 – передавальний механізм; 4 – стрілка.



*Рис. 12.11.* Мембранний деформаційний манометр:  
1 – стійка передавального механізму; 2 – стрілка;  
3 – вісь стрілки;  
4 – зубчасте колесо передавального механізму;  
5 – корпус; 6 – важіль;  
7 – шток; 8, 10 – фланці;  
9 – гофрована мембрана;  
11 – циферблат зі шкалою.

## 12.4. Вимірювання витрати газу

Регулювання витрати газу значно складніше регулювання витрати рідини. За будь-якого способу вимірювання газ спочатку повністю очищується від домішок аерозолі, оскільки жодна система вимірювання витрати газу не буде надійно працювати із забрудненою газовою фазою.

Найбільш зручним пристроєм для визначення об'ємної витрати та швидкості газу є *барабанний газовий лічильник*, або *газовий годинник* (рис. 12.12), робота якого базується на підсумовуванні окремих рівнів за об'ємом порцій газу, що по чергово заповнюють герметичні камери А–Г, проходячи шляхом  $a-A-a'$ , та витісняються через різницю тисків у вхідному та вихідному штуцерах лічильника. Оскільки камери мають однаковий об'єм, то кількість обертів барабана прямо пропорційна об'єму пропущеного газу. Відлік витрати газу як величину об'єму, пропущеного за певний час, проводять за допомогою шкали зі стрілкою. Однак на практиці через те, що усі елементи лічильника виготовлені з металу, а затворною рідиною слугує вода, визначати витрату агресивних та розчинних у воді газів за допомогою барабанного годинника неможливо.

Значно частіше для визначення витрати газу в лабораторіях використовують реометри та ротаметри, які дозволяють визначати величину витрати у будь-який момент часу, а не лише середню швидкість пропускання газу за певний період часу.

Основною частиною найбільш поширених *реометрів* (рис. 12.13, 12.14) є скляна трубка, в яку впаяний елемент гідравлічного опору – капілярна трубка або діафрагма 4, в результаті чого утворюється різниця тисків до і після діафрагми, яка вимірюється рідинним диференціальним манометром 2, що відкалібрований по шкалі 3 в одиницях витрати газу (літрів за хвилину). Манометричною рідиною в реометрі може бути

підфарбована вода, вазелінова або парафінова олія, гас, ртуть, сульфатна кислота.

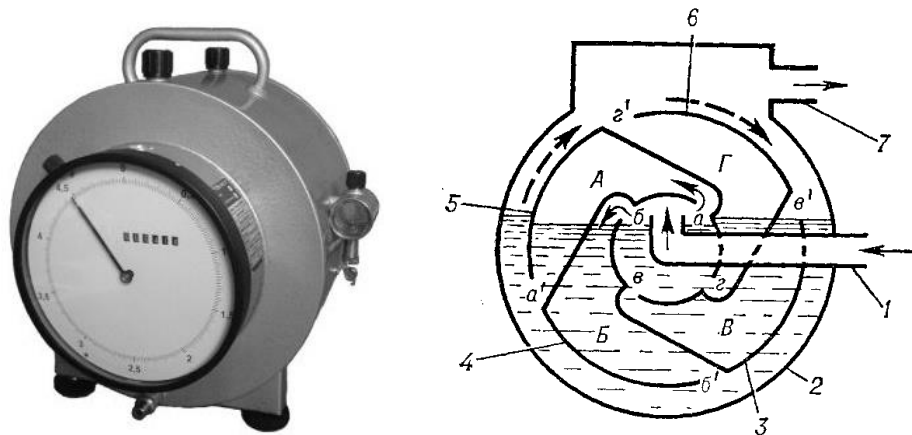


Рис. 12.12. Барабанний газовий лічильник (газовий годинник) та схема його роботи: 1 – вхідний штуцер; 2 – корпус; 3–6 – лопаті; 7 – вихідний штуцер; А, Б, В, Г – газові камери; а, б, в, з – вхідні прорізи; а', б', в', з' – вихідні прорізи.

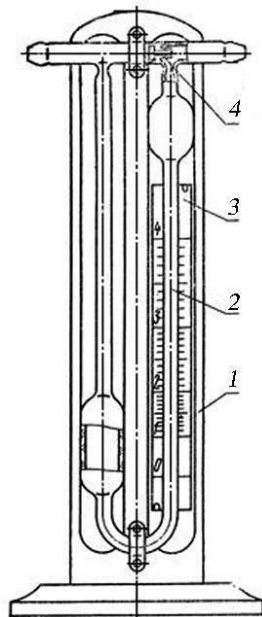


Рис. 12.13. Діафрагмовий реометр: 1 – корпус; 2 – диференціальний манометр; 3 – шкала; 4 – діафрагма.

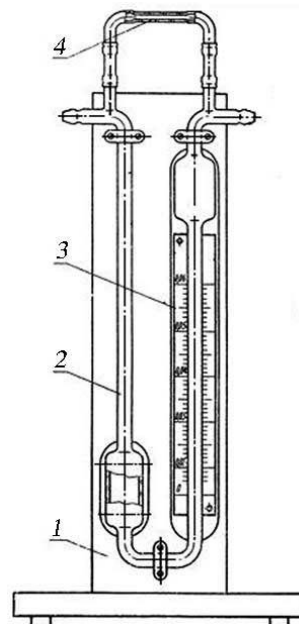


Рис. 12.14. Капілярний реометр: 1 – корпус; 2 – диференціальний манометр; 3 – шкала; 4 – капіляр.

*Діафрагмовий реометр* застосовується за більшої швидкості газу (десятки літрів за хвилину); відлік показань проводиться тільки по одному коліну. *Капілярний реометр* є більш точним, використовується для визначення витрати газу в діапазоні від декількох мілілітрів до декількох літрів за хвилину, та з використанням змінних капілярів може бути перекалібрований із необхідною точністю, оскільки величина перепаду тиску на краях капіляра залежить від температури та в'язкості газу. Щоб вимірювання витрати газу реометром було правильним, потік газу не повинен бути пульсуючим, а перепад тиску в реометрі не повинен перевищувати  $4 \cdot 10^4$  Па, або 300 мм вод. ст.

Реометри бажано калібрувати по тому газу, витрату якого передбачається визначати. Процедура калібрування полягає в знаходженні відповідності між швидкістю проходження газу та перепадом тиску в реометрі, який виражається в різниці рівнів манометричної рідини. Через значну тривалість процедури калібрування перевитрата використовуваного газу небажана, тому дозволяється калібрувати реометр з використанням повітря. Для капілярних реометрів формула має вигляд:

$$v_2 = v_1 \cdot \frac{\mu_1}{\mu_2},$$

де  $v_1$  – витрата газу, за яким проводили калібрування, л/хв;  $v_2$  – витрата робочого газу, л/хв;  $\mu_1$  – в'язкість газу, за яким проводили калібрування;  $\mu_2$  – в'язкість робочого газу.

Для діафрагмових реометрів перерахунок ведуть за формулою

$$v_2 = v_1 \cdot \sqrt{\frac{\rho_1}{\rho_2}},$$

де  $\rho_1$  і  $\rho_2$  – густина газу, за яким проводили калібрування, та робочого газу відповідно, г/дм<sup>3</sup>.

Недоліком реометрів є неможливість їх застосування для визначення витрати газів, що можуть взаємодіяти з манометричною рідиною, якою зазвичай є звичайна вода. Більш просту конструкцію мають *ротаметри* – вони являють собою конічні трубки з поплавцем (рис. 12.15). Потік газу через трубку знизу нагору змушує поплавець підніматись по трубці силою тиску газу на таку висоту, яка відповідає швидкості потоку, а отже, і витраті газу в одиницю часу. По краях поплавець має гвинтоподібні надрізи, що забезпечує обертовий рух в тоці повітря, більшу стабільність та полегшує зняття показань. Газові ротаметри застосовують, як правило, для вимірювання більших витрат, що досягають сотень літрів у хвилину.

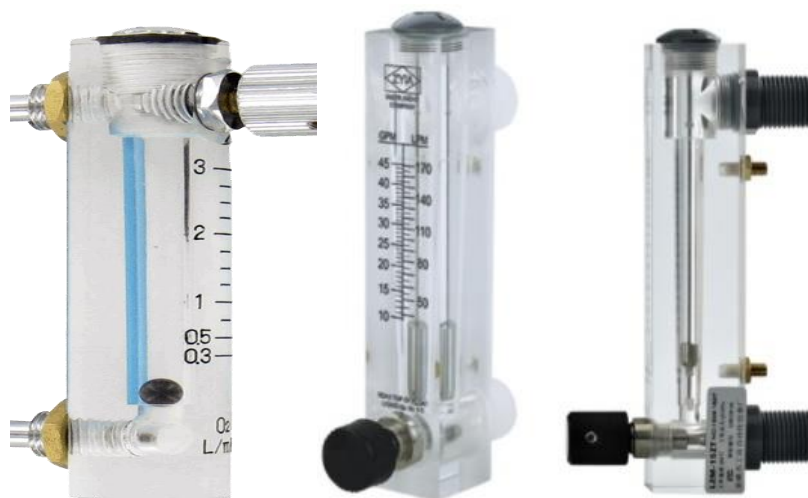


Рис. 12.15. Газові ротаметри.

## 12.5. Створення вакууму в лабораторних посудинах

Створення необхідного вакууму в лабораторних реакційних посудинах можливе за допомогою різних типів *вакуум-насосів* (табл.12.3).

Форвакуумним називають величину тиску в газовому тракті на вході вакуум-насоса, що необхідно встановлювати для досягнення необхідної величини вакууму на виході.

Таблиця 12.3. Основні типи лабораторних вакуумних насосів [25]

Тип насоса	Форвакуумний тиск, мм рт. ст.	Робоча область, мм рт. ст.	Залишковий тиск, мм рт. ст.	Продуктивність, дм <sup>3</sup> /с
Водоструминний	–	від 12 до 760	від 5 до 10	до 0,2
Ротаційний	–	0,1–760	0,01	до 5,0
Масляний дифузійний	від 0,01 до 1,0	від 10 <sup>-2</sup> до 10 <sup>-7</sup>	від 10 <sup>-2</sup> до 10 <sup>-4</sup>	до 10
Ртутний дифузійний	від 0,5 до 20	від 10 <sup>-1</sup> до 10 <sup>-6</sup>	10 <sup>-6</sup>	до 20
Іон-гетерний	10 <sup>-2</sup>	до 10 <sup>-10</sup>	10 <sup>-10</sup>	–

Для отримання розрідження, що не перевищує від 600 Па до 1300 Па (від 5 мм рт. ст до 10 мм рт. ст), застосовують *водоструминні насоси*, які працюють за принципом інжектора [21]. Незалежно від матеріалу, з якого виготовлений водоструминний насос (рис. 12.16), його основним елементом є сопло – трубка із конічним звуженням, з якого з великою швидкістю витікає вода. Через те, що в струмені води на виході сопла та просторі над ним створюється розрідження (*ефект Вентури*), і оточуюче повітря захоплюється струменем води. Водоструминні насоси можна використовувати тоді, коли тиск води в водопровідній мережі перевищує 2 атм, при цьому, оскільки граничне розрідження, створюване насосом, не може перевищувати тиск пари води за даної температури, встановлювати водоструминний насос можна лише на кран холодної води.

*Скляні* водоструминні насоси раніше випускались серійно, проте вони ставлять дуже високі вимоги до чистоти водопровідної води – попередньо необхідно встановлювати механічні фільтри, адже



потрапляння навіть невеликої твердої частинки може зруйнувати сопло. На даний момент основна частина насосів виготовляється з *полімерних*

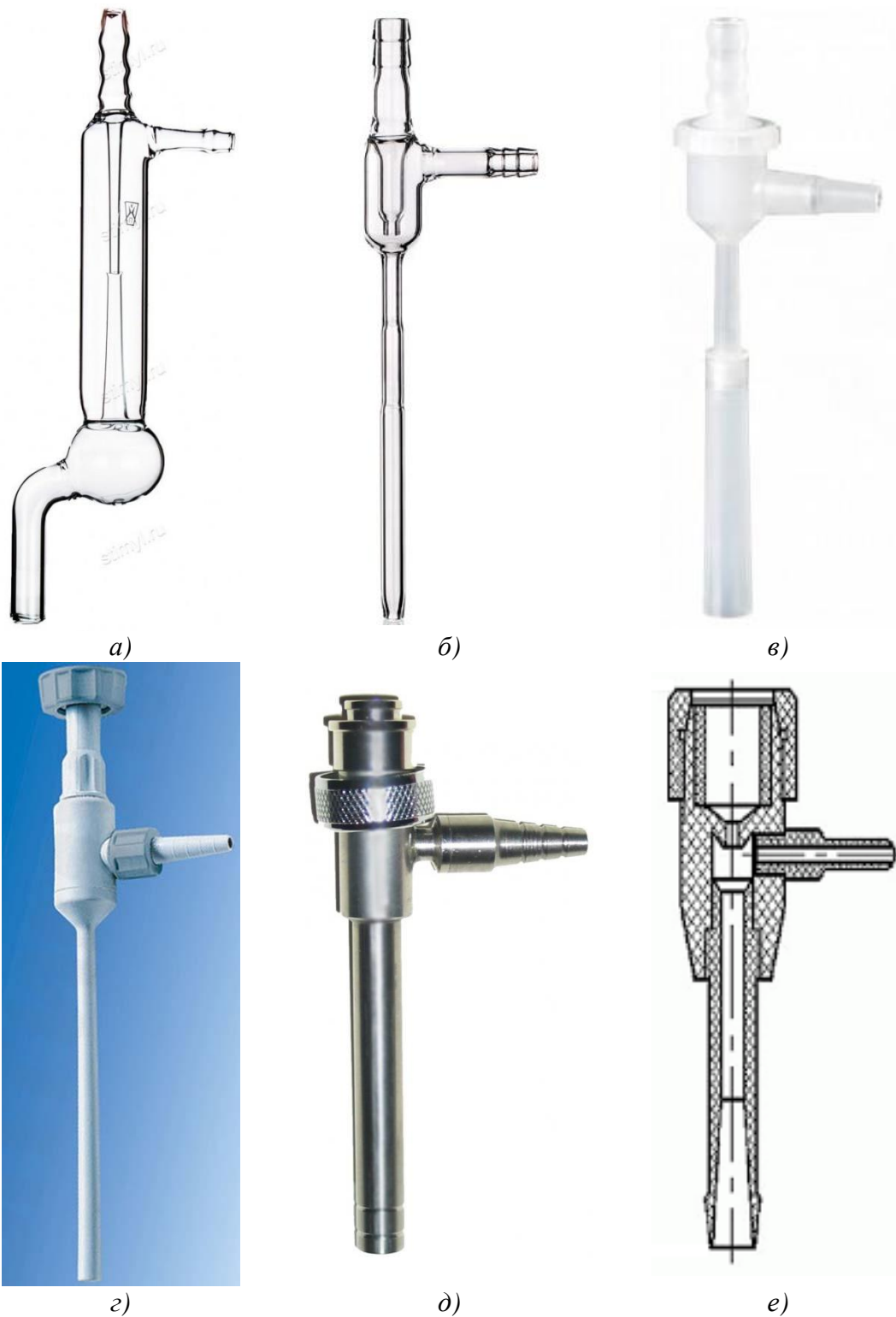


Рис. 12.16. Водоструминні насоси: скляні *a)*, *б)*, поліпропіленовий *в)*, фторопластовий *г)*, сталевий *д)* та його внутрішня будова *е)*.

*матеріалів* (поліпропілен, фторопласт), що робить їх дуже зручними у застосуванні завдяки простоті миття та меншій чутливості до ударних навантажень, проте такі насоси дозволяють створювати остаточний тиск до 2000 Па. *Металеві* насоси за величиною створюваного розрідження випереджають скляні, є механічно міцними, прості у використанні через те, що виготовляються з легованої сталі, але разом з тим є найдорожчими серед усіх водоструминних насосів.

Водоструминний насос приєднують до водопровідного крана за допомогою товстостінної гумової трубки, яку закріплюють на крані і насосі металевими хомутами, але не дротом, який може розрізати гумовий шланг. Між водоструминним насосом і посудиною, з якої видаляють повітря, повинна завжди знаходитись запобіжна склянка (рис. 12.17, а). Для цієї мети найкраще підходить тритубусна склянка Салюцо-Вульфа або одностубусна широкогорла колба місткістю 1–2 л. За падіння тиску у водопровідній мережі вода з насоса почне переливатися в запобіжну склянку, а не у вакуумовану посудину. У склянці одна скляна трубка доходить майже до дна, і її з'єднують із водоструминним насосом. Інша скляна трубка виступає із пробки у внутрішню частину склянки всього на 1–2 см. Її з'єднують із вакуумованою посудиною, наприклад, з колбою Бунзена для фільтрування. Середній тубус склянки Салюцо-Вульфа закривають пробкою із трубкою, що має кран. Якщо необхідно від'єднати вакуумовану посудину, не припиняючи роботу водоструминного насоса, то спочатку відкривають цей кран, а потім від'єднують посудину. Після цього можна закрити і водопровідний кран насоса.

Функцію запобіжного може відігравати і зворотній клапан з поліпропілену або поліетилену (рис. 12.17, б), який встановлюють на шланг між водопровідним краном та вакуумованою посудиною.

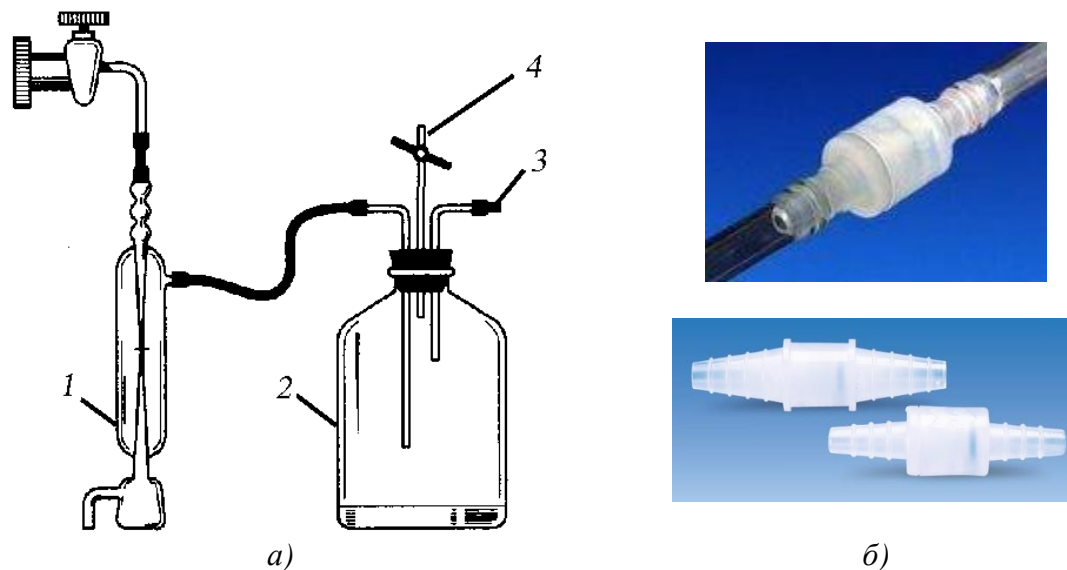
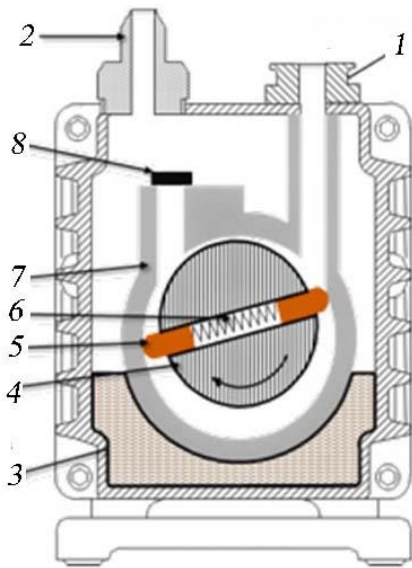


Рис. 12.17. Схема приєднання запобіжної склянки до водоструминного насоса *а)* та запобіжний зворотний клапан *б)*: 1 – водоструминний насос; 2 – склянка Салюцо-Вульфа; 3 – шланг до вакуумованої посудини; 4 – кран скидання вакууму.

Механічні вакуумні насоси дозволяють створювати більш глибокий вакуум зі значно більшою продуктивністю. В лабораторіях зазвичай застосовують пластинчасто-роторний насос з масляним ущільненням (рис. 12.18).

Газ надходить у вхідний патрубок 1 і захоплюється ексцентрично встановленим ротором 4, в прорізи якого встановлені лопаті 5 з пружиною 6, який стискає газ і передає його в випускний патрубок 2. Підпружинений випускний клапан 8 дозволяє випускати газ за перевищенні атмосферного тиску. Масло використовується для герметизації і охолодження лопатей.

Граничний вакуум, створюваний насосом, визначається тиском пари використаного масла; якістю ущільнення, розчинністю відкачуваного газу в маслі насоса. За тривалої роботи в масло насоса потрапляє пара летких розчинників, волога та продукти розкладання органічних речовин, що збільшує тиск пари робочого масла та зменшує продуктивність насоса.



а)



б)

Рис. 12.18. Будова а) та загальний вигляд б) пластинчато-роторного вакуумного насоса: 1 – впускний патрубок; 2 – випускний патрубок; 3 – масляний резервуар насоса; 4 – ротор; 5 – лопаті; 6 – розсувна пружина; 7 – статор; 8 – випускний клапан.

Тому перед масляним вакуумним насосом необхідно встановлювати різні поглинальні колонки (п. 12.2) або уловлювачі-конденсатори. Уловлювачі-конденсатори за своєю конструкцією подібні до промивачів газу (рис. 4.4, д, е; рис. 11.8), але відрізняються більшим діаметром внутрішньої трубки для попередження закупорювання кристалами пари рідини, яку виморожують з газового потоку, використовуючи посудини Дьюара (рис. 8.13, а). Уловлювачі занурюють в посудини Дьюара, заповнені рідким азотом, рідким повітрям або сумішшю ацетону із «сухим льодом» (твердий діоксид карбону) (рис. 12.19).

Більш глибоке розрідження (тиск нижче 0,1 Па) створюють за допомогою різних типів дифузійних насосів, перед якими попередньо обов'язково створюється відповідне розрідження за допомогою механічних форвакуумних насосів.



Рис. 12.19. Уловлювачі-конденсатори, охолоджені в посудинах Дьюара.

## 12.6. Зберігання газів

Техніка виконання значної кількості експериментів передбачає наявність в лабораторії певного запасу газів, які застосовуються для створення інертного середовища (азот, аргон, гелій, діоксид карбону), реакційного середовища (хлор, водень, кисень, сірководень, аміак, хлор) як холодоагенти (рідке повітря, рідкий азот, рідкий кисень).

Невеликі об'єми газів можна зберігати у *газометрах* (рис. 12.20, а) або *газових піпетках* (рис. 12.20, б). Тиск всередині цих ємностей не перевищує атмосферний, тому їх можна застосовувати лише для короткотривалих або демонстраційних експериментів.

Стиснуті та зріджені гази зберігають та транспортують в металевих балонах, тиск в яких набагато перевищує атмосферний. Стиснуті гази, для яких так звана *критична температура* нижча за кімнатну, знаходяться в балонах в газоподібному стані (водень, кисень, азот, гелій, аргон). Кількість стиснутого газу в балоні при цьому пропорційна об'єму балона та тиску газу, що поступово знижується з використанням газу. Всередині

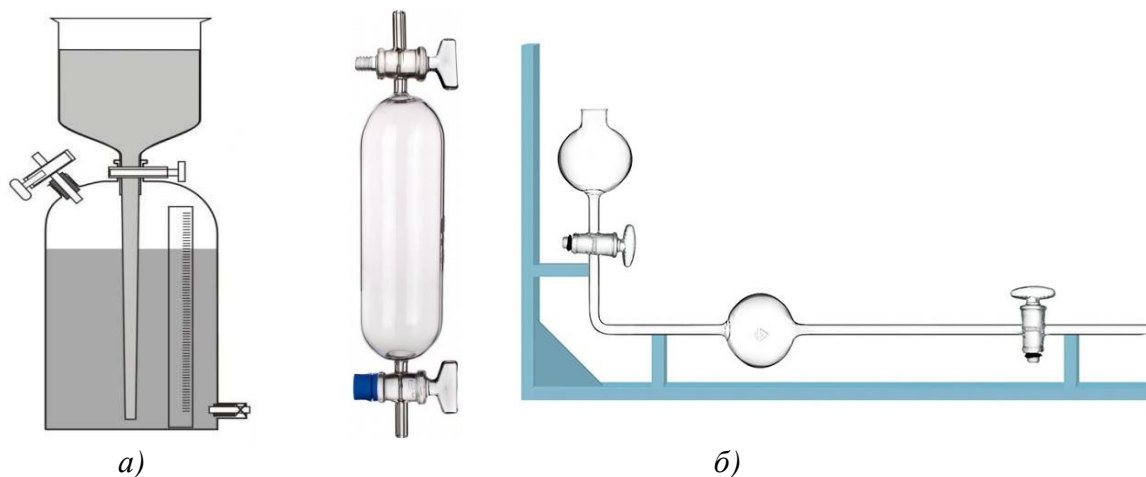


Рис. 12.20. Пристрої для зберігання невеликих об'ємів газу – газометр *a*) та газові піпетки *б*).

балонів зі зрідженими газами (хлор, діоксид карбону, діоксид сульфуру) залишається сталим доти, поки в балоні залишається рідка фаза. Зріджені гази, які використовуються як холодоагенти (азот, повітря, кисень), транспортують та зберігають в металевих посудинах Дьюара.

*Газовий балон* являє собою сталеву циліндричну безшовну посудину зі сферичним дном і звуженою верхньою частиною, у якій встановлений запірний вентиль (рис. 12.21, а). Для запобігання ушкоджень вентиля 2 на верхню частину балона встановлюють захисний залізний ковпак 1. Нижня частина балона має приварену підставку б ("башмак"), що дозволяє зберігати балон у вертикальному положенні. Балони з ацетиленом для попередження вибуху заповнені пористою масою (пемза, активоване вугілля, інфузорна земля) (рис. 12.21, б), просоченою розчином ацетилену в ацетоні.

Балони, призначені для зберігання хлору, який скраплюється під тиском, мають внутрішню трубку, яка йде від запірного вентиля майже до дна балона (рис. 12.22). Такі балони застосовують в переверненому виді, щоб кінець трубки знаходився над шаром рідини. У цьому випадку запобігається можливий викид рідкого газу з вентиля.

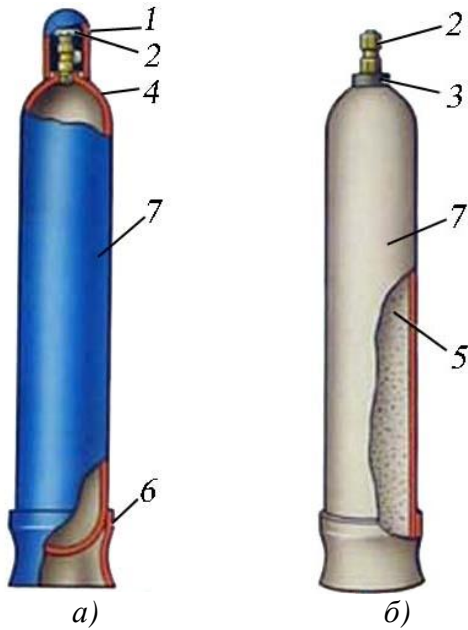


Рис. 12.21. Будова газового балона для зберігання газів під тиском *а)* та в розчиненому стані *б)*: 1 – захисний ковпак; 2 – вентиль; 3 – різьбова горловина; 4 – місце нанесення клейма; 5 – пориста маса; 6 – башмак (п’ята балона); 7 – корпус.

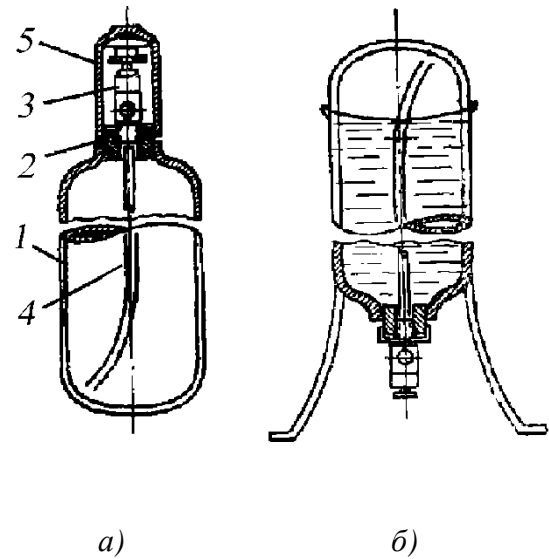


Рис. 12.22. Будова *а)* та робоче розташування *б)* балона для хлору: 1 – корпус; 2 – різьбова горловина; 3 – вентиль; 4 – сифонна трубка; 5 – захисний ковпак.

Запірні вентиля (рис. 12.23) виготовляють зазвичай із бронзи, для балонів з хлором, аміаком або ацетиленом – тільки зі сталі. Їхній корпус угвинчується у верхню частину балона. Вихідний штуцер перекриває або штифт із сідлом і прокладкою, або голка, які ввертаються в корпус за допомогою ручки. На вихідний штуцер нагвинчують редуктор або надягають гумовий або полімерний шланг.

На верхній сферичній частині кожного металевого балона повинні бути вибиті клеймуванням такі дані:

- товарний знак підприємства-виготовлювача;
- номер балона;
- фактична маса порожнього балона: для балонів місткістю до 12 л включно – з точністю до 0,1 кг; до 55 л включно – з точністю до 0,2 кг;

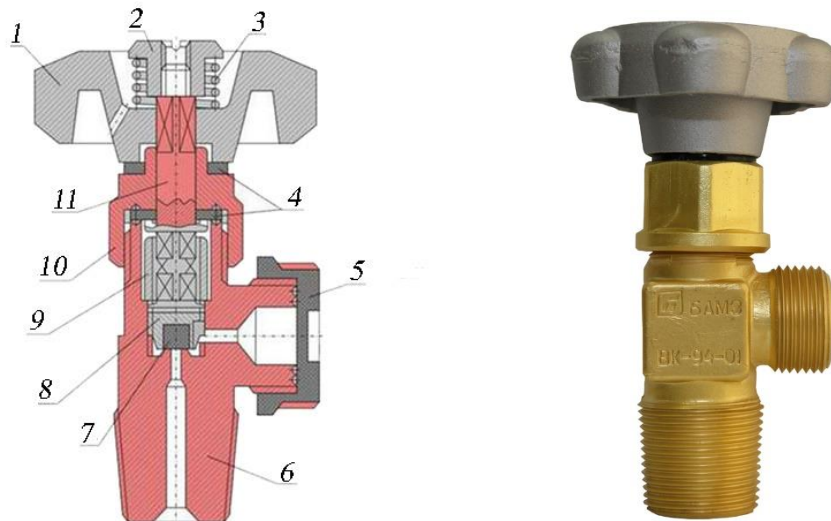


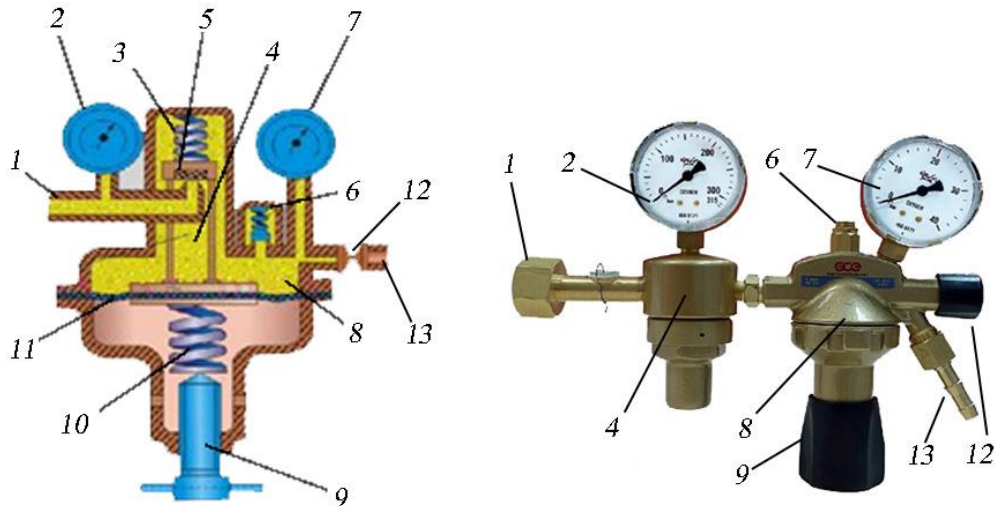
Рис. 12.23. Будова та загальний вигляд запірного вентиля газового балона:  
 1 – маховик; 2 – гайка; 3 – пружина; 4 – прокладки; 5 – запобіжна заглушка;  
 6 – корпус; 7 – ущільнення; 8 – корпус клапана; 9 – муфта; 10 – накидна гайка;  
 11 – шпindelь.

маса балонів місткістю понад 55 л указується відповідно до нормативної документації на їх виготовлення;

- дата (місяць, рік) виготовлення і наступного опосвідчення;
- робочий тиск;
- пробний гідравлічний тиск;
- місткість балонів: для балонів місткістю до 12 л включно – номінальна; для балонів місткістю до 55 л включно – фактична з точністю до 0,3 л; для балонів місткістю понад 55 л – відповідно до нормативної документації на їх виготовлення;
- клеймо відділу технічного контролю підприємства-виготовлювача круглої форми діаметром 10 мм (за винятком стандартних балонів місткістю понад 55 л);
- номер стандарту для балонів місткістю понад 55 л.

Безпосереднє відбирання газу з балона ускладнене через значний тиск в газовому балоні, тому на запірний вентиль встановлюють редуктор – пристрій для зниження тиску газу до робочого рівня (рис. 12.24).





*Рис. 12.24.* Будова та загальний вигляд газового редуктора: 1 – штуцер приєднання редуктора до газового балона; 2 – манометр високого тиску; 3 – запірня пружина; 4 – камера високого тиску; 5 – клапан; 6 – запобіжний клапан; 7 – манометр низького тиску; 8 – камера низького (робочого) тиску; 9 – регулювальний гвинт; 10 – пружина; 11 – мембранний елемент; 12 – вентиль подачі газу; 13 – штуцер виходу газу.

Більшість редукторів виготовляють з бронзи, а для роботи з аміаком та ацетиленом, що взаємодіють із міддю – зі сталі.

У редукторі газ через штуцер 1, потрапляючи в камеру високого тиску 4 та діючи на клапан 5, прагне відкрити його. Редукуючий клапан 5 притискається до сідла запірною пружиною 3 і перегороджує доступ газу високого тиску. Мембрана 11 прагне відвести редукуючий клапан 5 від сідла і відкрити доступ газу високого тиску в камеру низького (робочого) тиску 8. У свою чергу мембрана 11 знаходиться під дією двох взаємно протилежних сил. Із зовнішнього боку на мембрану 11 через натискний гвинт 9 діє притискна пружина 10, яка прагне відкрити редукуючий клапан 5, а з внутрішньої сторони камери редуктора на мембрану тисне газ низького тиску, що протидіє натискній пружині 10. Зі зменшенням тиску в робочій камері натискна пружина 10 розпрямляється, і клапан відходить від сідла, при цьому відбувається збільшення потрапляння газу в редуктор.

Зі зростанням тиску в робочій камері 8 притискна пружина 10 стискається, клапан підходить ближче до сідла і надходження газу в редуктор зменшується. Робочий тиск визначається натягом натискної пружини 10, яке змінюється регулювальним гвинтом 9. За викручування регулювального гвинта 9 і ослабленні притискної пружини 10 знижується робочий тиск і, навпаки, закручування регулювального гвинта стискає притискну пружину 10 і відбувається підвищення робочого тиску газу. Для контролю за тиском на камері високого тиску встановлений манометр 2, а на робочій камері – манометр 2 і запобіжний клапан 6. Швидкість подачі газу до споживача з редуктора через штуцер 13 регулюється вентилем 12.

Крім редукторів для зниження тиску інколи використовують голчасті вентилі, за допомогою яких можна плавно регулювати швидкість подачі газу (рис. 12.25).

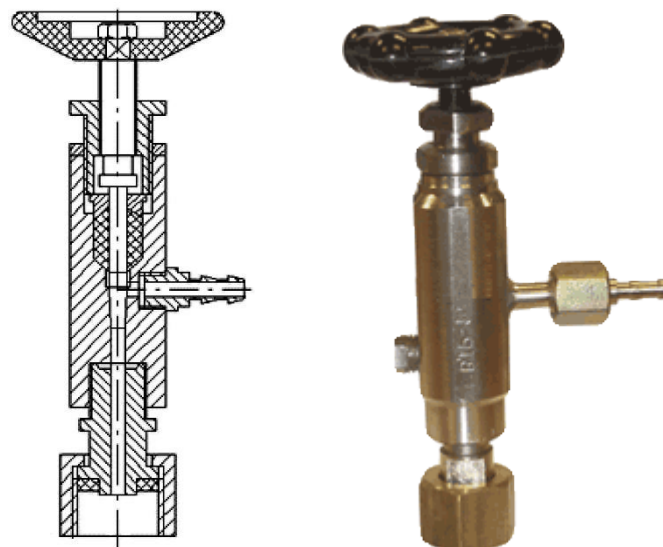


Рис. 12.25. Будова та загальний вигляд голчастого вентиля тонкого регулювання.

Редуктори для галонів із горючими газами мають ліву різьбу, що попереджує можливість їх використання на балонах із сильними окисниками, зокрема, киснем. Редуктори та балони для роботи із

інертними газами мають праву різьбу, так само, як і кисневі балони, тому для інертних газів можливе використання кисневих редукторів. Використання на балонах з киснем інших редукторів, крім як кисневих, суворо заборонено, оскільки наявність навіть невеликої частини мастильних матеріалів на робочих поверхнях різьби може спричинити локальних вибух та руйнування балона. Тому залежно від газу усі балони фарбують у різні кольори згідно вимог ДНАОП 0.00-1.07-94 «Правила будови та безпечної експлуатації посудин, що працюють під тиском» [27], виконуючи на поверхні відповідні написи (табл. 12.4). Відповідні редуктори також фарбують у необхідний колір залежно від типу газу. Варто зазначити, що дане позначення не є міжнародним і використовується в Україні та країнах колишнього СНД. В Європі балони маркують відповідно до UNI EN 1089-3:2011, при цьому балон може не фарбуватись або фарбуватись в білий колір, а власне кольорове позначення наноситься на горловину балона (табл. 12.5). В основу позначення покладена вибухонебезпечність газу, а колір обирається з так званого стандарту RAL (німецький стандарт кольорів з цифровим позначенням). Також для транспортування інших газів, що не входять до вказаних в таблиці 12.5, на плече балона наносять кольорове позначення відповідно до властивостей газу (табл. 12.6).

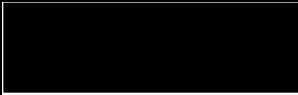









Для зберігання балонів необхідно їх розміщувати на відстані не менше ніж 1 м від джерел тепла та на відстані не менше ніж 5 м від джерел відкритого полум'я. Переміщення балонів здійснюють за допомогою спеціально пристосованих для цього візків або інших пристроїв. Балони зберігаються і транспортуються з накрученими запобіжними ковпаками. Газові балони зберігаються як у спеціальних приміщеннях (складах), так і на відкритому повітрі за умови їх захисту від сонячних променів та дії атмосферних опадів. Наповнені балони зберігаються у вертикальному

Таблиця 12.4. Розпізнавальне фарбування промислових балонів зі стисненими газами (ДНАОП 0.00-1.07-94)

Газ	Фарбування балона	Колір напису	Колір смуги	Приклад
Азот N <sub>2</sub>	Чорна	Жовтий	Коричневий	<b>Азот</b>
Аміак NH <sub>3</sub>	Жовтий	Чорний	–	<b>Аміак</b>
Аргон сирий	Чорний	Білий	Білий	<b>Аргон сирий</b>
Аргон технічний	Чорний	Синій	Синій	<b>Аргон технічний</b>
Аргон чистий	Сірий	Зелений	Зелений	<b>Аргон чистий</b>
Ацетилен C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Білий	Червоний	–	<b>Ацетилен</b>
Водень	Зелений	Червоний	–	<b>Водень</b>
Гелій	Коричневий	Білий	–	<b>Гелій</b>
Нітрогену (I) оксид	Сірий	Чорний	–	<b>Закис азоту</b>
Кисень	Блакитний	Чорний	–	<b>Кисень</b>
Сульфуру (IV) оксид	Чорний	Білий	Жовтий	<b>Сірчистий ангідрид</b>
Сірководень	Білий	Червоний	Червоний	<b>Сірководень</b>
Карбону (IV) оксид	Чорний	Жовтий	–	<b>Вуглекислота</b>
Фосген	Захисний	–	Червоний	<b>Фосген</b>
Хлор	Захисний	–	Зелений	<b>Хлор</b>
Інші горючі газ	Червоний	Білий	–	<b>Газ</b>
Інші негорючі газ	Чорний	Жовтий	–	<b>Газ</b>

Примітка\*: Зазвичай – чорний, рідше – темно-зеленим.






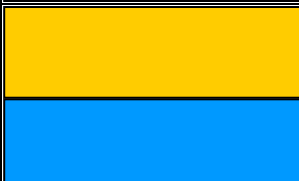

**Таблиця 12.5. Розпізнавальне фарбування промислових балонів зі стисненими газами в країнах Європи (UNI EN 1089-3:2011)**

Газ	Англійська назва газу	Колір плеча балона	Номер за таблицею RAL	Приклад
Азот N <sub>2</sub>	NITROGEN	Чорний	9005	
Аміак NH <sub>3</sub>	AMMONIA	Темно-жовтий	1018	
Аргон	ARGON	Смарагдовий	6001	
Ацетилен C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	ACETYLENE	Темно-бордовий	3009	
Водень	HYDROGEN	Червоний	3000	
Гелій	HELIUM	Коричневий	8008	
Кисень	OXIGEN	Білий	9010	
Карбону (IV) оксид	CARBON DIOXIDE	Сірий	7037	
Хлор	CHLORINE	Жовтий	1018	
Нітрогену (I) оксид	NITROUS OXIDE	Синій	5010	

положенні в спеціальних гніздах, клітках або огорожуються бар'єром для запобігання їх падіння.

В процесі обслуговування, переміщення і транспортування балонів повинні виконуватись правила безпеки, що виключають можливість травмування людей та пошкодження балонів.

Таблиця 12.6. Розпізнавальне фарбування промислових балонів зі стисненими газами, що представляють певну небезпеку

Назва групи газів	Англійська назва групи	Колір плеча балона	Номер за таблицею RAL	Приклад
Інертні (N <sub>2</sub> ; Kr; Xe; Ne)	INERT	Зелений	6018	
Легкозаймисті (H <sub>2</sub> ; CH <sub>4</sub> ; C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> ; H <sub>2</sub> +NH <sub>3</sub> )	INFLAMMABLE	Червоний	3000	
Окисні (NO <sub>2</sub> )	OXIDIZING	Блакитний	5012	
Токсичні та/або корозійно-активні (Cl <sub>2</sub> ; NH <sub>3</sub> ; CO; SO <sub>2</sub> )	TOXIC AND/OR CORROSIVE	Жовтий	1018	
Токсичні та легкозаймисті, або Токсичні та корозійно-активні	TOXIC AND INFLAMMABLE	Жовтий та червоний	1018 3000	
Токсичні та окисні, або Токсичні та корозійно-активні	TOXIC AND OXIDIZING	Жовтий та синій	1018 5012	
Промислове повітря	INDUSTRIAL AIR	Зелений	6018	

### Завдання для самоконтролю до розділу 12

1. Назвіть групи пристроїв для отримання газів в лабораторії та порівняйте їх.
2. Назвіть основні типи пристроїв для одержання газів взаємодією твердого і рідкого реагентів з підведенням рідкого реагенту знизу.
3. Назвіть основні типи пристроїв для одержання газів взаємодією твердого і рідкого реагентів краплинної дії.

4. Назвіть основні типи пристроїв для одержання газів взаємодією двох рідких реагентів.
5. Назвіть основні типи пристроїв для одержання газів термічним розкладом твердої речовини.
6. Опишіть методи очищення і осушення газів в лабораторії.
7. Опишіть методи сухого очищення газів та пристосування для цієї операції.
8. Опишіть методи мокрого очищення газів та пристосування для цієї операції.
9. Опишіть методи очищення газів від аерозолів та пристосування для цієї операції.
10. Приведіть будову ртутного рідинного барометра і опишіть його роботу.
11. Приведіть будову газового ротаметра і опишіть його роботу.
12. Приведіть будову газового капілярного реометра і опишіть його роботу.
13. Опишіть пристосування для створення вакууму.
14. Опишіть пристосування для зберігання газів в лабораторії.
15. Будова газового балона.
16. Основні правила роботи з балонами.

## РОЗДІЛ 13.

### ПРАКТИЧНІ ЗАНЯТТЯ

#### Практичне заняття 1. Основні поняття в хімії

*Зміст заняття: Одиниці вимірювання в хімії (моль, еквівалент). Хімічні формули та рівняння. Розрахунки по молярній масі та кількості речовини. Визначення формули речовини з результатів аналізу. [9], [13]*

Моль – одиниця кількості речовини. Моль — це кількість речовини системи, що містить стільки молекул, атомів, іонів, електронів або інших структурних одиниць, скільки міститься атомів в 0,012 кг ізотопу вуглецю  $^{12}\text{C}$  (стала Авогадро  $N_A = 6,022 \cdot 10^{23}$  моль $^{-1}$ ). Маса речовини, яка міститься в 1 моль даної простої або складної речовини, називається молярною масою. Молярна маса речовини, виражена в грамах на моль, має те ж чисельне значення, що і його відносна молекулярна маса.

Еквівалентом речовини називається така його кількість, яка у даній реакції рівноцінна (еквівалентна) 1 моль атомів водню (1,0079 г). Маса 1 еквівалента називається еквівалентною масою.

Закон еквівалентів: Елементи з'єднуються та утворюються в кількостях, що пропорційні їх еквівалентам (Ріхтер І.В., 1792 р.)

Валентність визначають як здатність атомів хімічних елементів приєднувати певну кількість інших атомів. За одиницю валентності взято один атом водню, тому кількісно валентність елемента показує, скільки атомів водню може приєднати (витіснити) атом даного елемента.



Хімічна формула – це скорочений запис хімічної речовини за допомогою хімічних знаків та індексів. Індеси в хімічних формулах вказують не тільки на число атомів у молекулі, але й число моль відповідних атомів в 1 моль речовини.

**Приклад 1:** Розрахувати в грамах масу молекули нафталіну  $C_{10}H_8$ .

Розв'язок: Молекулярна маса нафталіну – 128 вуглецевих одиниць, маса одного моль нафталіну – 128 г. Маса молекули:

$$m = \frac{128}{6,02 \cdot 10^{23}} = 2,1 \cdot 10^{-22} \text{ г.}$$

**Приклад 2:** Яка кількість речовини атомарного Сульфуру міститься в Феруму (II) сульфіді масою 22 г?

Розв'язок: Молярна маса Феруму (II) сульфіді  $FeS$  складає 88 г/моль. Кількість речовини  $FeS$ :

$$n(FeS) = \frac{m(FeS)}{M(FeS)} = \frac{22}{88} = 0,25 \text{ моль.}$$

З формули феруму (II) сульфіді слідує, що кількість речовини атомарного сульфуру дорівнює кількості речовини сульфіді, тобто  $n(S) = n(FeS) = 0,25 \text{ моль.}$

**Приклад 3:** Визначити кількість структурних одиниць, що міститься в молекулярному йоді масою 50,8 г, та масу однієї молекули йоду.

Розв'язок: Молярна маса йоду дорівнює 254 г/моль. Визначаємо кількість речовини молекулярного йоду:

$$n(I_2) = \frac{m(I_2)}{M(I_2)} = \frac{50,8}{254} = 0,2 \text{ моль.}$$

Кількість структурних одиниць визначаємо, використовуючи сталу Авогадро:

$$N(I_2) = n(I_2) \cdot N_A = 0,2 \cdot 6,02 \cdot 10^{23} = 1,2 \cdot 10^{23}.$$

Маса однієї молекули складає

$$m' = \frac{M(I_2)}{N_A} = \frac{254}{6,02 \cdot 10^{23}} = 4,2 \cdot 10^{-22} \text{ г.}$$

**Приклад 4:** Молярна маса еквівалента деякого металу рівна 12 г/моль. Яка маса цього металу прореагувала з кислотою, якщо в результаті виділилося 1150 мл водню (н.у.)?

Розв'язок: За законом еквівалентів число моль еквівалентів металу, що прореагувало, і гідрогену однакове:

$$n\left(\frac{1}{z} Me\right) = n\left(\frac{1}{z} H_2\right).$$

Виразимо число моль еквівалентів металу через відношення мас, а для гідрогену – через відношення об'ємів:

$$\frac{m(Me)}{M\left(\frac{1}{z} Me\right)} = \frac{V(H_2)}{V\left(\frac{1}{z} H_2\right)}.$$

Молярний об'єм еквівалента водню відомий  $V(1/2 H_2) = 11,2$  л/моль. Таким чином, в реакції з кислотою прореагувало металу

$$m(Me) = \frac{V(H_2) \cdot M\left(\frac{1}{z} Me\right)}{V\left(\frac{1}{z} H_2\right)} = \frac{1,15 \cdot 12}{11,2} = 1,23 \text{ г.}$$

**Приклад 5:** Через нагрівання в кисні 3,60 г деякого металу його маса збільшилася до 5,04 г. Розрахуйте молярну масу еквівалента металу і його оксиду.

Розв'язок: По умові завдання метал реагує з киснем з утворенням оксиду (умовне позначення  $MeO$ ). Закон еквівалентів для даної реакції має вигляд:

$$n\left(\frac{1}{z} Me\right) = n\left(\frac{1}{z} O_2\right) = n\left(\frac{1}{z} MeO\right).$$

Розрахуємо спочатку молярну масу еквівалента металу через відношення до кисню (оскільки для кисню відома молярна маса еквівалента  $M(1/2 O_2) = 8$  г/моль).

$$\frac{m(\text{Me})}{M(\frac{1}{z}\text{Me})} = \frac{m(\text{O}_2)}{M(\frac{1}{z}\text{O}_2)} ; \frac{3,60}{M(\frac{1}{z}\text{Me})} = \frac{5,04 - 3,60}{8}$$

Звідси молярна маса еквівалента металу рівна  $M(1/z \text{ Me}) = 20$  г/моль.

Аналогічно проведемо розрахунок для оксиду:

$$\frac{m(\text{MeO})}{M(\frac{1}{z}\text{MeO})} = \frac{m(\text{O}_2)}{M(\frac{1}{z}\text{O}_2)} ; \frac{5,04}{M(\frac{1}{z}\text{MeO})} = \frac{5,04 - 3,60}{8}$$

$$M(1/z \text{ MeO}) = 28 \text{ г/моль.}$$

**Приклад 6:** Визначити молекулярну формулу речовини, молярна маса якої 30 г/моль, вміст карбону 80 %, вміст гідрогену 20 %.

Розв'язок:

Варіант 1: Для розрахунків беремо 100 г речовини, тоді вміст карбону 80 г, вміст гідрогену 20 г. В шуканій речовині  $\text{C}_x\text{H}_y$  індекси  $x$  та  $y$  відповідають кількості моль карбону та гідрогену в одному моль речовини, тоді

$$x : y = \frac{m(\text{C})}{M(\text{C})} : \frac{m(\text{H})}{M(\text{H})} = \frac{80}{12} : \frac{20}{1} = 6,66 : 20 = 1 : 3.$$

Формула  $\text{CH}_3$  – найпростіша. Молекулярна маса сполуки  $M(\text{CH}_3) = 15$ , що в 2 рази менше за масу шуканої речовини, тобто дійсна формула речовини  $\text{C}_2\text{H}_6$ .

Варіант 2: Візьмемо для розрахунків 1 моль речовини  $\text{C}_x\text{H}_y$ , тоді в 30 г речовини міститься карбону та гідрогену

$$m(\text{C}) = \frac{m(\text{C}_x\text{H}_y) \cdot w(\text{C})}{100} = \frac{30 \cdot 80}{100} = 24 \text{ г,}$$

$$m(\text{H}) = \frac{m(\text{C}_x\text{H}_y) \cdot w(\text{H})}{100} = \frac{30 \cdot 20}{100} = 6 \text{ г.}$$

Кількість речовини атомарних речовин

$$x = n(\text{C}) = \frac{m(\text{C})}{M(\text{C})} = \frac{24}{12} = 2 \text{ моль,}$$

$$y = n(H) = \frac{m(H)}{M(H)} = \frac{6}{1} = 6 \text{ моль.}$$

Формула речовини  $C_2H_6$ .

### Задачі для самостійного розв'язку

1. Еквівалент елемента складає 24,99. Обчислити: а) скільки відсотків водню міститься в гідрид цього елемента; б) скільки грамів водню потрібно для відновлення 4,95 г його оксиду. *Відповідь:* а) 3,88 %; б) 0,1512 г.
2. Еквівалент металу складає 56,2. Обчислити процентний вміст металу в його оксиді. *Відповідь:* 87,54 %.
3. 0,432 г металу утворили 0,574 г хлориду. Обчислити еквівалент металу, прийнявши еквівалент Хлору рівним 35,5. *Відповідь:* 108.
4. Метал утворює два хлориди із вмістом Хлору 37,45 % та 54,51 %. Обчисліть еквіваленти металу в кожній сполучі. *Відповідь:* 59,3; 29,6.
5. Метал утворює два хлориди, що містять відповідно 73,86 % і 84,96 % металу. Обчислити еквіваленти металу в кожній сполучі. *Відповідь:* 100,3; 200,6.
6. 0,493 г хлориду металу після обробки Аргентуму нітратом утворили 0,861 г  $AgCl$ . Обчислити еквівалент металу. *Відповідь:* 46,67.
7. Обчислити еквівалент  $CO_2$  в реакціях утворення з розчином  $NaOH$ : а)  $NaHCO_3$ , б)  $Na_2CO_3$ . *Відповідь:* а) 44; б) 22.
8. Обчислити еквівалент  $H_3PO_4$  в реакціях утворення з розчином  $KOH$ : а)  $KH_2PO_4$ , б)  $K_2HPO_4$  і в)  $K_3PO_4$ . *Відповідь:* а) 98; б) 49; в) 32,7.
9. На нейтралізацію 1 г кислоти витрачено 1,247 г  $KOH$ . Обчислити еквівалент кислоти. *Відповідь:* 45.
10. Обчислити еквівалент гексафторсилікатної кислоти, якщо на нейтралізацію 0,18 г її пішло 0,1 г  $NaOH$ . *Відповідь:* 72.

11. На нейтралізацію 1 г основи витрачено 2,14 г HCl. Обчисліть еквівалент основи. *Відповідь:* 17.
12. Через взаємодію 0,8 г гідразину і 2,45 г H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> утворилося 3,25 г солі. Обчислити еквіваленти гідразину і солі, що утворилася. *Відповідь:* 16; 65.
13. У якій кількості NaOH міститься стільки ж еквівалентів, скільки в 140 г КОН? *Відповідь:* 100 г.
14. В якій кількості Ba(OH)<sub>2</sub>·8H<sub>2</sub>O міститься стільки ж еквівалентів, скільки в 156 г Al(OH)<sub>3</sub>? *Відповідь:* 946,5 г.
15. До складу мінерального добрива амофос входить амонію дигідрофосфат NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (ваговий відсоток 85 %), амонію гідрофосфат (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> (8 %) та домішки, що не містять нітроген. Визначити ваговий відсоток Нітрогену в амофосі та кількість речовини Нітрогену в добриві масою 200 кг. *Відповідь:* 1,73 кмоль; 12 %.
16. Визначити масу Мангану, яка може бути отримана з суміші Мангану (III) оксиду та Мангану (IV) оксиду масою 500 г. Ваговий відсоток Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в суміші 80 %, MnO<sub>2</sub> – 20 %. *Відповідь:* 342 г.
17. Склад оксиду деякого металу може бути виражений найпростішою формулою Me<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Відомо, що оксид масою 76,5 г містить 40,5 г металу. Визначити метал, який утворює оксид. *Відповідь:* Алюміній.
18. Ваговий відсоток Хлору в Фосфору хлориді складає 77,5 %. Визначити найпростішу формулу хлориду. *Відповідь:* PCl<sub>3</sub>.
19. Деяка кислота містить гідроген (2,2 %), йод (55, 7%) та кисень (42,1 %). Встановити найпростішу формулу цієї кислоти. *Відповідь:* H<sub>3</sub>IO<sub>6</sub>.
20. До складу хімічної сполуки входять натрій, фосфор та кисень. Вагові відсотки елементів складають 34,6 %, 23,3 % та 42,1 % відповідно. Визначити найпростішу формулу сполуки. *Відповідь:* Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>.

## Практичне заняття 2. Газові закони та молярний об'єм газу

*Зміст заняття:* Відносна густина газу. Газові закони та універсальний газовий закон. Визначення кількості речовини газу. [4], [9], [13]

Закон Авогадро: В однакових об'ємах різних газів за однакових умов (температурі та тиску) міститься однакова кількість молекул.

Закон об'ємних співвідношень: об'єми газів, які вступають у взаємодію, за однакових умов відносяться один до одного як прості цілі числа (Гей-Люссак Ж.Л.).

Відносна густина одного газу за іншим дорівнює відношенню молярних мас цих газів:

$$D_x = \frac{M(X_1)}{M(X_2)}.$$

### **Газові закони**

Закон Бойля-Маріотта: за сталої температури об'єм даної кількості газу обернено пропорційний тиску, під яким він знаходиться.

Закон Гей-Люссака: за сталого тиску зміна об'єму газу прямо пропорційна температурі.

Закон Шарля: за незмінних маси та об'єму тиск газу пропорційний його абсолютній температурі.

Об'єднаний закон ідеального газу:

$$\frac{pV}{T} = const.$$

Рівняння Менделєєва-Клапейрона:

$$pV = \frac{m}{M} RT,$$

де  $p$  – тиск, Па;  $V$  – об’єм, який займає газ за даних умов, м<sup>3</sup>;  $m$  – маса газу, г;  $M$  – молярна маса газу, г/моль;  $R$  – універсальна газова стала,  $R = 8,31$  Дж/(моль·К);  $T$  – температура, К.

**Приклад 1:** Газ масою 2 г за н.у. займає об’єм 1,4 л. Відносна густина газу за воднем 16. Визначити молярну масу газу різними способами.

Розв’язок:

За молярним об’ємом газу.

Складемо пропорцію:

2 г газу за н.у. займають об’єм 1,4 л;

$M(X)$  г/моль газу – 22,4 л.

Звідси  $M(X) = \frac{2 \cdot 22,4}{1,4} = 32$  г/моль.

За відносною густиною газу.

Відповідно до формули  $D(H_2) = \frac{M(X)}{M(H_2)}$ , тоді

$M(X) = D(H_2) \cdot M(H_2) = 2 \cdot 16 = 32$  г/моль.

За формулою Менделєєва-Клапейрона

$M(X) = mRT/PV = (2 \cdot 8,31 \cdot 273) / (101325 \cdot 1,4 \cdot 10^{-3}) = 32$  г/моль.

**Приклад 2:** Скільки молекул міститься в 1 мл газу за температури мінус 23 °С та 2,53 кПа?

Розв’язок: об’єм газу за нормальних умов буде складати:  $\frac{1 \cdot 273 \cdot 2,53}{250 \cdot 101,3} = 0,0273$  мл.

Кількість молекул в цьому об’ємі газу дорівнює:  $\frac{0,0273 \cdot 6,02 \cdot 10^{23}}{224000} = 7,3 \cdot 10^{17}$ .

**Приклад 3:** Об’єм газу за 23 °С і тиску 103,3 кПа дорівнює 250 л. Знайти об’єм газу за 0 °С і тиску 103,3 кПа

Розв'язок: Пропонується наступний запис:

$$\begin{array}{rclcl} 250 \text{ л} & - & 23 \text{ }^\circ\text{C} & - & 103,3 \text{ кПа;} \\ X \text{ л} & - & 0 \text{ }^\circ\text{C} & - & 101,3 \text{ кПа.} \end{array}$$

Уявімо, що спочатку йде зниження температури від  $23 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $0 \text{ }^\circ\text{C}$ , а потім зниження тиску від  $103,3 \text{ кПа}$  до  $101,3 \text{ кПа}$ . Перша зміна приведе до зменшення об'єму газу у відповідності з законом Гей-Люссака у скільки разів, у скільки  $273$  менше  $296$ , а саме в  $\frac{250 \cdot 273}{296}$  раз, а зміна тиску призведе до збільшення об'єму газу у відповідності з законом Бойля-Маріотта у стільки раз, у скільки  $103,3$  більше  $101,3$ .

$$\text{Розраховуємо об'єму газу: } \frac{250 \cdot 273 \cdot 103,3}{296 \cdot 101,3} = 235 \text{ л.}$$

**Приклад 4:** Визначити масу  $200 \text{ л}$  хлору за  $0 \text{ }^\circ\text{C}$  та  $101,3 \text{ кПа}$ .

Розв'язок: Маса  $22,4 \text{ л}$  ( $1$  моль) хлору складає  $70,91 \text{ г}$ . Маса  $200 \text{ л}$  хлору складає  $X \text{ г}$ , тоді, відповідно до об'єднаного закону ідеального газу

$$X = \frac{200 \cdot 70,91}{22,4} = 633,2 \text{ г.}$$

**Приклад 5:** Розрахувати масу  $1,8 \text{ л}$   $\text{H}_2\text{S}$ , якщо об'єм газу виміряли за  $17 \text{ }^\circ\text{C}$  та  $98,64 \text{ кПа}$ .

Розв'язок: Об'єм  $\text{H}_2\text{S}$ , приведений до нормальних умов складає  $V = \frac{1,8 \cdot 273 \cdot 98,64}{290 \cdot 101,3} \text{ л.}$

Маса  $22,4 \text{ л}$  ( $1$  моль)  $\text{H}_2\text{S}$  складає  $34,08 \text{ г}$ ;

Маса  $\left( \frac{1,8 \cdot 273 \cdot 98,64}{290 \cdot 101,3} \right) \text{ л}$   $\text{H}_2\text{S}$  складає  $X \text{ г}$ .

$$\text{Тоді } X = \frac{34,08 \cdot 1,8 \cdot 273 \cdot 98,64}{290 \cdot 101,3 \cdot 22,4} = 2,51 \text{ г}$$

**Приклад 6:** Розрахувати об'єм, що займає  $7 \text{ г}$  карбону (II) оксиду за  $7 \text{ }^\circ\text{C}$  та  $104 \text{ кПа}$ .

Розв'язок: Знаходимо об'єм заданої маси газу за нормальних умов





Парціальні тиски складових газової суміші відносяться один до одного як їх об'ємні частки та їх мольні частки. В даному випадку парціальні тиски метану, гідрогену та кисню відносяться один до одного, як : 12,5:25:62,5=1:2:5.

Через те, що загальний тиск газової суміші дорівнює 101,3 кПа, то парціальні тиски метану, водню та кисню виражаться відповідно наступним значенням:

$$\frac{101,3}{8} = 12,67 \text{ кПа}, \quad \frac{101,3 \cdot 2}{8} = 25,33 \text{ кПа}, \quad \frac{101,3 \cdot 5}{8} = 63,3 \text{ кПа}.$$

### Задачі для самостійного розв'язку

1. Дано 250 мл газу за 0 °С та 101,3 кПа. Який об'єм займе газ за умов 23 °С і 96 кПа? *Відповідь:* 286 мл.
2. Дано 480 л газу за 17 °С і 104 кПа. Привести об'єм газу до нормальних умов. *Відповідь:* 463,7 л.
3. Привести до 0 °С і 101,3 кПа наступні об'єми газів, виміряні за вказаних умов: а) 375 мл за -23 °С та 97,3 кПа; б) 900 л за 37 °С і 104 кПа; в) 320 м<sup>3</sup> за -3 °С і 103,3 кПа; г) 1080 л за 127 °С і 10,13 кПа. *Відповідь:* а) 393,3 мл; б) 813,4 л; в) 330 м<sup>3</sup>; г) 73,71 л.
4. 1 м<sup>3</sup> газу знаходиться за 0 °С. За якої температури об'єм газу подвоїться, якщо тиск залишиться незмінним? *Відповідь:* 273 °С.
5. Дано 40 мл газу за 7 °С і 96 кПа. За якого тиску об'єм газу досягне 60 мл, якщо температура збільшилась до 17 °С? *Відповідь:* 61,1 кПа.
6. В закритому балоні знаходиться газ за температури -3 °С під деяким тиском. До якої температури необхідно нагріти газ, для того щоб тиск всередині балона збільшився на 20 %? *Відповідь:* 51 °С.

7. В балоні знаходиться газ за температури  $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Яка частина газу залишиться, якщо у відкритому балоні збільшити температуру газу на  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ? *Відповідь:* 0,75.
8. Розрахувати масу 1 л наступних газів за  $0\text{ }^{\circ}$  і 101,3 кПа: а) водню; б) кисню; в) карбону (IV) оксиду; г) карбону (II) оксиду; д) фосгену  $\text{COCl}_2$ ; е) нітрогену (IV) оксиду. *Відповідь:* а) 0,09 г; б) 1,43 г; в) 1,96 г; г) 1,25 г; д) 4,41 г; е) 2,05 г.
9. В балоні ємністю 25 л знаходиться за  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$  водень під тиском 810,4 кПа. Розрахувати масу водню. *Відповідь:* 17 г.
10. В закритому балоні ємністю 40 л знаходиться 77 г  $\text{CO}_2$ . Манометр, приєднаний до балона, показує тиск 106,6 кПа. Розрахувати температуру газу. *Відповідь:*  $20,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
11. В одному з двох закритих балонів знаходиться кисень, в іншому – азот. Маси обох газів однакові. Температура обох газів  $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ . В якому балоні тиск більше і у скільки разів? До якої температури необхідно нагріти вміст одного балона, для того щоб тиск всередині нього досяг тиску в іншому балоні? *Відповідь:* в 1,14 рази; до  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
12. В закритому балоні знаходиться 160 г кисню під тиском 121,6 кПа за  $12\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Розрахувати масу  $\text{CO}_2$  в об'ємі балона, якщо газ знаходиться під тиском 202,6 кПа за  $37\text{ }^{\circ}\text{C}$ . *Відповідь:* 337 г.
13. Деяка сполука містить 75,76 % As та 24,24 % O. Густина її пари за повітрям складає 13,65. Знайти дійсну формулу сполуки. Яка буде його дійсна формула, якщо через збільшення температури густина пари зменшується в два рази? *Відповідь:*  $\text{As}_4\text{O}_6$ ;  $\text{As}_2\text{O}_3$ .
14. Сполука містить 24,26 % C, 71,62 % Cl і 4,12 % H. Густина за воднем 49,1. Знайти дійсну формулу сполуки. *Відповідь:*  $\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2$ .

15. Сполука карбону з гідрогеном містить 92,26 % карбону, інше – гідроген. 0,195 г цієї сполуки зайняли за 27 °С та 101,3 кПа об'єм, що дорівнює 61,5 мл. Яка дійсна формула сполуки? *Відповідь:*  $C_6H_6$ .
16. Змішані за нормальних умов 56 л  $CH_4$  і 112 л  $O_2$ . Виразити склад газової суміші у вагових відсотках. *Відповідь:* 20 %, 80 %.
17. Обчислити вміст кисню та азоту у повітрі у вагових відсотках. Маса 1 л повітря (0 °С, 101,3 кПа) складає 1,293 г. *Відповідь:* 23,2 %, 75,4 %.
18. В закритій посудині ємністю 5,6 л знаходиться за 0 °С суміш, що складається з 2,2 г карбону (IV) оксиду, 4 г кисню та 1,2 г метану. Розрахувати: а) загальний тиск газової суміші; б) парціальний тиск кожного з газів; в) склад суміші в об'ємних відсотках. *Відповідь:* а) 101,3 кПа; б) 20,2 кПа, 50,5 кПа та 30,3 кПа; в) 20 %, 50 % та 30 %.
19. 150 мл водню зібрані над водою за 27 °С і 98,64 кПа. Тиск пари води за 27 °С складає 3,56 кПа. Розрахувати об'єм сухого газу за нормальних умов. Визначити масу водню в міліграмах. *Відповідь:* 128,1 мл; 11,53 мг.
20. 0,2 г металу витіснили 197 мл водню, який був зібраний над водою та виміряний за 20 °С і 104 кПа. Тиск пари води за 20 °С складає 2,32 кПа. Знайти еквівалент металу. *Відповідь:* 12,16.
21. Скільки моль містять об'єми газів, виміряні за нормальних умов: а) 56 л  $NH_3$ ; б) 2,8 л  $CO_2$ ; в) 1,12 л  $H_2$ ; г) 700 мл  $N_2$ ? *Відповідь:* а) 2,5 моль; б) 0,125 моль; в) 0,05 моль; г) 0,03125 моль.
22. Скільки моль кисню і азоту міститься в 1 л повітря за 22 °С і 100 кПа? *Відповідь:* 0,00856 і 0,0318 моль.
23. Скільки моль кисню і азоту міститься в аудиторії розміром  $6 \times 8 \times 5$  м за 22 °С і 100 кПа? *Відповідь:* 2050 і 7626 моль.
24. В балоні ємністю 56 л міститься суміш, що складається з 4 моль  $CH_4$ , 3 моль  $H_2$  і 0,5 моль  $CO$ . Розрахувати: а) загальний тиск суміші газів (в кПа); б) склад суміші у вагових відсотках; в) склад суміші в об'ємних

відсотках; г) парціальний тиск кожного газу (в Па). *Відповідь:* а) 303 кПа; б) 76,18 %, 7,18 %, 16,64 %; в) 53,33 %, 40 %, 6,67 %; г) 162 кПа, 121,6 кПа і 20,2 кПа.

### **Практичне заняття 3. Стехіометричні розрахунки по хімічним реакціям**

*Зміст заняття:* Розрахунки по рівнянням хімічних реакцій. Визначення кількості реагуючих речовин. [2], [4], [23]

Якісні і кількісні зміни, що відбуваються з речовинами під час хімічних перетворень, називаються хімічними реакціями. Схематичний запис хімічного перетворення за допомогою хімічних знаків і формул називається хімічним рівнянням. Рівняння складається з лівої частини, де записують вихідні речовини, і правої частини, куди записують продукти реакції. Число атомів одного й того ж елемента в лівій і правій частинах рівняння повинно бути однаковим. Якщо число однакових атомів не збігається, їх зрівнюють, розставляючи коефіцієнти. Хімічні рівняння є відображенням закону збереження енергії.

Закон збереження маси: маса речовин, що вступили в реакцію, дорівнює масі речовин, що утворились внаслідок реакції (Ломоносов М.В., 1748 р.). Звідси витікає, що вихідні речовини і продукти реакції зв'язані між собою ваговими співвідношеннями, які пропорційні певним молярним співвідношенням, а молярні співвідношення визначаються стехіометричними коефіцієнтами хімічного рівняння. В тому випадку, якщо процес не може бути виражений одним рівнянням, можна використовувати схему перетворення вихідних речовин у кінцеві продукти.

**Приклад 1:** Скільки  $\text{AgNO}_3$  вступило у реакцію з  $\text{KCl}$ , якщо в результаті отримано 0,7167 г  $\text{AgCl}$ ?

Розв'язок: складемо пропорцію

169,88 г  $\text{AgNO}_3$  утворюють 143,33 г  $\text{AgCl}$

$X$  г  $\text{AgNO}_3$  утворюють 0,7167 г  $\text{AgCl}$

$$X = \frac{169,88 \cdot 0,7167}{143,33} = 0,8494 \text{ г } \text{AgNO}_3$$

**Приклад 2:** Скільки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  можливо отримати з 100 г  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ?

Розв'язок: Алюмінію хлорид під дією водного розчину аміаку перетворюється в гідроксид, а останній, втрачаючи в процесі прожарювання воду, переходить у  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Для утворення однієї молекули  $\text{Al}_2\text{O}_3$  витрачається дві молекули  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ :

(2 · 241,4) г  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  утворюють 101,9 г  $\text{Al}_2\text{O}_3$

100 г  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  утворюють  $X$  г  $\text{Al}_2\text{O}_3$

$$X = \frac{101,9 \cdot 100}{241,4 \cdot 2} = 21,1 \text{ г } \text{Al}_2\text{O}_3$$

**Приклад 3:** В якій кількості води необхідно розчинити 50 г  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , щоб у кожному грамі отриманого розчину містилося по 0,05 г іонів купруму ?

Розв'язок: 50 г  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  містить:

$$m(\text{Cu}) = \frac{m(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{Cu})}{M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})} = \frac{50 \cdot 63,54}{249,7} = 12,73 \text{ г купруму.}$$

Знайдемо загальну масу розчину:

0,05 іонів купруму міститься в 1 г розчину

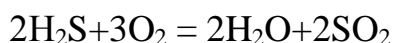
12,73 іонів купруму міститься в  $X$  г розчину

$$X = \frac{12,73}{0,05} = 254,6 \text{ г,}$$

виходячи з цього, необхідно додати  $254,6 - 50 = 204,6$  г води.

**Приклад 4:** Який об'єм  $\text{H}_2\text{S}$  можна спалити в 800 л повітря? Який об'єм сульфуру (IV) оксиду при цьому виділиться?

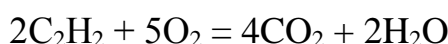
Розв'язок: в 800 л повітря міститься  $800 \cdot 0,21 = 168$  л кисню. З рівняння реакції



видно, що для спалювання двох об'ємів  $\text{H}_2\text{S}$  потрібно три таких же об'єму кисню, отже об'єм  $\text{H}_2\text{S}$  складає  $\frac{2}{3}$  від об'єму витраченого кисню, тобто:  $\frac{168 \cdot 2}{3} = 112$  л. З того ж рівняння бачимо, що об'єм отриманого  $\text{SO}_2$  дорівнює об'єму спаленого  $\text{H}_2\text{S}$ , тобто 112 л.

**Приклад 5:** Який об'єм ацетилену теоретично можна спалити в  $1 \text{ м}^3$  повітря? Який об'єм  $\text{CO}_2$  при цьому вийде? Розрахувати зменшення об'єму з врахуванням того, що пара конденсується у воду.

Розв'язок:  $1 \text{ м}^3$  містить  $0,21 \text{ м}^3$  кисню. З рівняння реакції:



бачимо, що об'єм  $\text{C}_2\text{H}_2$  складає  $\frac{2}{5}$  від теоретично необхідного об'єму кисню, тобто  $\frac{210 \cdot 2}{5} = 84$  л, а об'єм  $\text{CO}_2$  вдвічі більший за об'єм ацетилену, що прореагував, тобто  $84 \cdot 2 = 168$  л.

Рівняння показує, що в процесі реакції сталося зменшення об'єму на  $(22,4 \cdot 3) = 67,2$  л, що складає  $\frac{3}{2}$  по відношенню до об'єму ацетилену,  $\frac{3}{5}$  по відношенню до об'єму витраченого кисню,  $\frac{3}{4}$  по відношенню до об'єму отриманого  $\text{CO}_2$ , і вираховується за співвідношеннями:  $\frac{84 \cdot 3}{2}$  чи  $\frac{210 \cdot 3}{5}$ , або  $\frac{168 \cdot 3}{4}$ . Усі три співвідношення дають один результат: 126 л.

### Задачі для самостійного розв'язку

1. Скільки КОН потрібно для нейтралізації 24,5 г сульфатної кислоти?  
*Відповідь:* 28 г.
2. До 1 г КОН додали 1 г  $\text{HNO}_3$ . Яка речовина и в якій кількості залишиться не нейтралізованою? *Відповідь:* 0,11 г КОН.
3. Скільки  $\text{BaSO}_4$  можна отримати з 6,1 г  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ? Скільки  $\text{H}_2\text{SO}_4$  для цього потрібно? *Відповідь:* 5,83 г; 2,45 г.
4. До розчину, що містить 12,6 г  $\text{HNO}_3$ , додали розчин, що містить 7,2 г  $\text{NaOH}$ . Яка речовина і в якій кількості залишиться у надлишку? *Відповідь:* 1,26 г  $\text{HNO}_3$ .
5. 1 мл розчину містить 0,014 г КОН. Скільки мілілітрів такого розчину необхідно для нейтралізації 1,96 г  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ? Який об'єм того ж розчину потрібний для утворення нормальної солі для взаємодії з 1,96 г  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ?  
*Відповідь:* 160 і 240 мл.
6. Скільки  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  необхідно додати до розчину, що містить 5,31 г  $\text{Ba}(\text{HCO}_3)_2$ , для утворення нормальної солі? *Відповідь:* 6,46 г.
7. 1 л розчину містить 111 г  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ . Скільки мілілітрів такого розчину необхідно для отримання 0,85 г  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ? *Відповідь:* 50 мл.
8. Під час аналізу деякого сплаву, що містить срібло, отримано масу  $\text{AgCl}$ , яка точно дорівнює масі сплаву, взятого для аналізу. Обрахувати відсотковий вміст срібла у сплаві. *Відповідь:* 75,26 %.
9. Після додавання  $\text{BaCl}_2$  у розчин, що містить 1 г суміші  $\text{K}_2\text{SO}_4$  і  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , утворилось 1,491 г  $\text{BaSO}_4$ . В якому співвідношенні змішані  $\text{K}_2\text{SO}_4$  і  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ? *Відповідь:* 1:1.
10. Який об'єм кисню за 21 °C і 104,5 кПа виділиться через розкладання 490 г  $\text{KClO}_3$ ? *Відповідь:* 140 л.



11. Скільки грамів кальцію вступило в реакцію з водою, якщо об'єм утвореного водню за 25 °С і 99,3 кПа дорівнює 480 мл? *Відповідь:* 0,77 г.
12. Скільки кубічних метрів "водяного газу" ( $\text{H}_2 + \text{CO}$ ) теоретично може бути отримано за 127 °С і 81,04 кПа з 1 т вугілля, що містить 4 % сторонніх домішок? *Відповідь:* 6560 м<sup>3</sup>.
13. 1 г сплаву магнію з алюмінієм витіснив з хлоридної кислоти 1,27 л водню (за 25 °С і 100 кПа). Визначити відсотковий склад сплаву. *Відповідь:* 30 % Mg, 70 % Al.
14. З 3 г суміші  $\text{CaCO}_3$  і  $\text{MgCO}_3$  отримано 760 мл  $\text{CO}_2$  (за 20 °С і 99,7 кПа). Визначити кількісне співвідношення  $\text{CaCO}_3$  і  $\text{MgCO}_3$ . *Відповідь:*  $\text{CaCO}_3 : \text{MgCO}_3 = 4:1$ .
15. Для повного відновлення 1,59 г оксиду металу до металу необхідно 478 мл водню (за 7 °С і 97,3 кПа). Визначити еквівалент металу. *Відповідь:* 31,75.
16. Який об'єм кисню потрібно взяти для повного згорання 1 м<sup>3</sup> наступних газів: а) Карбону (II) оксиду; б) метану; в) етилену; г) ацетилену? Для кожного окремого випадку вирахувати об'єм отриманого Карбону (IV) оксиду. *Відповідь:* а) 0,5 м<sup>3</sup>  $\text{O}_2$ , 1 м<sup>3</sup>  $\text{CO}_2$ ; б) 2 м<sup>3</sup>, 1 м<sup>3</sup>; в) 3 м<sup>3</sup>, 2 м<sup>3</sup>; г) 2,5 м<sup>3</sup>, 2 м<sup>3</sup>.
17. Суміш, що складається із 16 мл  $\text{CH}_4$ , 8 мл  $\text{H}_2$ , 44 мл  $\text{O}_2$  та 32 мл  $\text{N}_2$ , вибухнула. Вирахувати загальний об'єм газової суміші та її відсотковий склад після вибуху, враховуючи те, що гази були приведені до початкової температури, а пара води конденсувалась в рідину, об'ємом якої можна знехтувати. *Відповідь:* 56 мл; 28,57 %  $\text{CO}_2$ ; 57,14 %  $\text{N}_2$ ; 14,29 %  $\text{O}_2$ .
18. Дано 40 мл суміші, що містить 10%  $\text{H}_2$ , 10%  $\text{O}_2$ , інше –  $\text{N}_2$ . Який об'єм газової суміші після вибуху? Вирахувати відсотковий склад отриманої суміші. *Відповідь:* 34 мл; 94,12 %  $\text{N}_2$ ; 5,88 %  $\text{O}_2$ .

19. Вирахувати відсотковий вміст водню в його суміші з киснем, якщо відомо, що 40 мл суміші після згорання водню зайняло об'єм, що рівний 31 мл. *Відповідь:* 15 %.

20. Вирахувати відсотковий вміст водню та метану в їх суміші з киснем, якщо відомо, що 40 мл газової суміші після згорання водню та метану зайняли об'єм, що рівний 31 мл, із яких 3 мл припадає на частку карбону (IV) оксиду. *Відповідь:* 5 %  $H_2$ ; 7,5 %  $CH_4$ .

21. Скільки літрів озонованого кисню можна отримати із 42 л кисню під час його проходження через озонатор, враховуючи те, що лише 8% кисню перейде в озон? *Відповідь:* 40,88 л.

22. Було змішано 400 мл  $NH_3$ , виміряні за  $7^\circ C$  і 80 кПа, та 250 мл  $HCl$ , виміряні за  $17^\circ C$  і 121,6 кПа. Який газ і в якому об'ємі ( $0^\circ C$ , 101,3 кПа) залишиться в надлишку? Скільки грамів  $NH_4Cl$  утвориться при цьому? *Відповідь:* 25,6 мл  $NH_3$ ; 0,674 г.

#### **Практичне заняття 4. Розчини. Концентрація розчинів**

***Зміст заняття:** Способи вираження концентрації розчинів. Розчинність. Визначення кількості вихідних речовин для приготування розчину розведенням розчинів, змішуванням розчинів та розчиненням твердої речовини. [4], [9], [10]*

Розчини - це однорідні фізико-хімічні системи, що складаються з двох і більше компонентів (речовин) та продуктів їх взаємодії.

Розчинність – це властивість одних речовин взаємодіяти з іншими і рівномірно розподілятися в них під дією теплового руху частинок і дифузії. Розчинність визначається концентрацією насиченого розчину і

показує, скільки грам твердої речовини може розчинитися в 100 г розчинника.

Концентрація розчинів характеризує якісні й кількісні співвідношення між компонентами в системі. Серед кількісних способів вираження концентрації найчастіше зустрічаються й застосовуються: ваговий відсоток (масова частка), молярна концентрація (молярність), нормальна (еквівалентна) концентрація (нормальність) і моляльна концентрація (моляльність).

Ваговий відсоток  $P$ , % (масова частка  $w$ , частка одиниці) – це число одиниць маси розчиненої речовини  $m(X)$ , що міститься в 100 одиницях маси розчину і виражене у відсотках:

$$w = \frac{m(X)}{m_{\text{розч}}}, \quad P = \frac{m(X)}{m_{\text{розч}}} \cdot 100, \%$$

Молярна концентрація (молярність)  $C_M$  виражається числом моль розчиненої речовини в 1 л (1 дм<sup>3</sup>) розчину:

$$C_M(X) = \frac{n(X)}{V_{\text{розч}}} = \frac{m(X)}{M(X) \cdot V_{\text{розч}}} \text{ моль/л (моль/дм}^3, \text{ М)}.$$

Еквівалентна концентрація (нормальність)  $C_H$  виражається числом еквівалентів розчиненої речовини в 1 л (1 дм<sup>3</sup>) розчину:

$$C_H\left(\frac{1}{z}X\right) = \frac{n\left(\frac{1}{z}X\right)}{V_{\text{розч}}} = \frac{z \cdot n(X)}{V_{\text{розч}}} \text{ г-екв/л (г-екв/дм}^3, \text{ н)},$$

де  $z$  – кількість еквівалентів в 1 моль речовини.

Моляльність (молярна вагова концентрація)  $m$  – число моль речовини, що міститься в 1 кг розчинника:

$$m = \frac{n(X)}{m_{\text{розчинника}}} = \frac{m(X)}{M(X) \cdot m_{\text{розчинника}}} \text{ моль/кг розчинника (м)}.$$

**Приклад 1:** У 450 г води розчинили 50 г  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ . Розрахувати вміст кристалогідрату та безводної солі у відсотках.

Розв'язок: Загальна маса розчину складає 500 г. Відсотковий вміст кристалогідрату знаходимо з пропорції:

$$\begin{array}{ll} 500 \text{ г розчину} & - 100 \% \\ 50 \text{ г розчиненої речовини} & - X \% \end{array}$$

$$\text{Звідси } X = \frac{50 \cdot 100}{500} = 10 \%$$

Відсотковий вміст безводної солі складе:  $\frac{31,96 \cdot 100}{500} = 6,39\%$ , де 31,96 – кількість грамів  $\text{CuSO}_4$  у  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

**Приклад 2:** Скільки грамів солі та води знаходиться в 800 г 12 %-вого розчину  $\text{NaNO}_3$ ?

Розв'язок: маса розчиненої солі складає 12% від маси розчину, тобто  $\frac{800 \cdot 12}{100} = 96 \text{ г NaNO}_3$ .

Маса розчинника складає 88 % від маси розчину, а саме  $\frac{800 \cdot 88}{100} = 704$  г води.

**Приклад 3:** Скільки грамів 3 %-вого розчину  $\text{MgSO}_4$  можна приготувати зі 100 г  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ?

Розв'язок: В 100 г  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  знаходиться

$$m(\text{MgSO}_4) = \frac{m(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{MgSO}_4)}{M(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})} = \frac{100 \cdot 120,4}{246,5} = 48,84 \text{ г} \quad \text{безводної}$$

солі. Згідно умовам задачі маса безводної солі складає 3 % маси розчину.

Звідси

$$3\% \text{ маси розчину складає} \quad 48,84 \text{ г}$$

$$100\% \text{ маси розчину складає } X \text{ г}$$

$$X = \frac{48,84 \cdot 100}{3} = 1628 \text{ г.}$$

**Приклад 4:** Скільки грамів 5 %-вого розчину можна приготувати з КОН та 100 грамів води?

Розв'язок: згідно умовам задачі 100 г води складають 95 % маси всього розчину. Звідси маса розчину дорівнює  $\frac{100 \cdot 100}{95} = 105,2$  г.

**Приклад 5:** Скільки грамів HCl необхідно розчинити у 250 г води для одержання 10 %-вого розчину HCl?

Розв'язок: 250 г води складають 90% маси розчину. Маса HCl складає 10 % маси розчину, або  $\frac{250 \cdot 10}{90} = 27,7$  г HCl.

**Приклад 6:** В якій кількості грамів води необхідно розчинити 100 г  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  для отримання розчину, що містить 5 % безводної солі?

Розв'язок: 100 г  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  містить 48,84 г  $\text{MgSO}_4$  та 51,16 г води. Згідно умовам 48,84 г солі складають 5 % маси розчину, звідки маса розчинника дорівнює:  $\frac{48,84 \cdot 95}{5} = 928$  г.

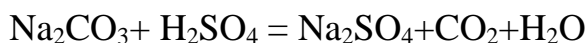
Відповідно залишається додати  $(928 - 51,16) = 876,8$  г води.

Можна спочатку знайти загальну масу розчину, яка складе:  $\frac{48,84 \cdot 100}{5} = 976,8$  г, а потім вже й масу розчинника:  $(976,8 - 100) = 876,8$  г води.

**Приклад 7:** Скільки грамів 10 %-вого розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  необхідно для реакції взаємодії зі 100 мл 13,7 %-вого розчину  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ( $\rho = 1,145$  г/мл)?

Розв'язок: 100 мл розчину масою 114,5 г містять  $\frac{114,5 \cdot 13,7}{100} = 15,68$  г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

З рівняння реакції



знаходимо необхідну кількість сульфатної кислоти

$$m(H_2SO_4) = \frac{m(Na_2SO_4) \cdot M(H_2SO_4)}{M(Na_2SO_4)} = \frac{15,68 \cdot 98,06}{106} = 14,5 \text{ г},$$

а 10 %-вого розчину знадобиться  $m_{розч} = \frac{m(H_2SO_4) \cdot 100}{w(H_2SO_4)} = \frac{14,5 \cdot 100}{10} = 145 \text{ г}.$

**Приклад 8:** Скільки мілілітрів 9,5 %-вого розчину  $Na_2CO_3$  ( $\rho = 1,10 \text{ г/мл}$ ) треба додати до 100 г води для отримання 3 %-вого розчину?

Розв'язок: позначимо шуканий об'єм розчину через  $X$  мл. Його маса дорівнює  $(X \cdot 1,10)$  г, а маса  $Na_2CO_3$ , що міститься в ньому, дорівнює  $(X \cdot 1,10 \cdot 0,095)$  г. Відповідно до умов задачі, маса розчиненої речовини складає 3 % від маси отриманого розчину  $(1,10X + 100)$ :

$$\frac{1,10 \cdot 0,095X}{1,10X + 100} = 0,03, \text{ звідси } X \approx 42 \text{ мл}.$$

**Приклад 9:** Розрахувати молярність та нормальність 49 %-вого розчину  $H_3PO_4$  ( $\rho = 1,33 \text{ г/мл}$ )

Розв'язок: 1 л розчину має масу 1330 г і містить  $1330 \cdot 0,49 = 651,7 \text{ г}$   $H_3PO_4$ , що складає:

$$\frac{1330 \cdot 0,49}{98} = 6,65 \text{ моль, або } 6,65 \cdot 3 = 19,95 \text{ екв}.$$

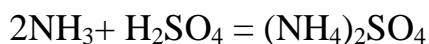
Відповідно розчин є 6,65 молярним (6,65 М) або 19,95 нормальним (19,95 н).

**Приклад 10:** Розрахувати відсотковий вміст  $H_2SO_4$  в її п'ятимолярному розчині ( $\rho = 1,29 \text{ г/мл}$ )

Розв'язок: Маса одного літру розчину 1290 г, він містить, згідно умовам,  $(98,08 \cdot 5) = 490,4 \text{ г}$   $H_2SO_4$ . Відповідно відсотковий вміст  $H_2SO_4$  в розчині складає:  $\frac{490,4 \cdot 100}{1290} = 38 \%$ .

**Приклад 11:** Скільки мілілітрів 35 %-вого розчину аміаку ( $\rho = 0,94 \text{ г/мл}$ ) потрібно для утворення 33 г  $(NH_4)_2SO_4$  ?

Розв'язок: З рівняння реакції



знаходимо масу аміаку:  $m(\text{NH}_3) = \frac{m((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) \cdot 2M(\text{NH}_3)}{M((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4)} = \frac{34 \cdot 33}{132} = 8,5 \text{ г},$

а 35 %-вого розчину знадобиться  $m_{\text{розч}} = \frac{m(\text{NH}_3) \cdot 100}{w(\text{NH}_3)} = \frac{8,5 \cdot 100}{35} = 24,3 \text{ г},$

$$\text{або } V_{\text{розч}} = \frac{m(\text{NH}_3) \cdot 100}{w(\text{NH}_3) \cdot \rho} = \frac{8,5 \cdot 100}{35 \cdot 0,94} = 25,8 \text{ мл.}$$

**Приклад 12:** У воді масою 100 г за температури 0 °С розчиняється натрію фторид масою 4,1 г, а за температури 40 °С – масою 4,5 г. Яка маса натрію фториду випаде в осад через охолодження насиченого за температури 40 °С розчину NaF масою 500 г до температури 0 °С?

Розв'язок: Маса насиченого за температури 40 °С розчину, що містить воду масою 100 г, складає

$$m_{40} = m_1(\text{H}_2\text{O}) + m_1(\text{NaF}) = 100 + 4,5 = 104,5 \text{ г.}$$

За температури 0 °С маса розчину, що містить воду масою 100 г, складає

$$m_0 = m_2(\text{H}_2\text{O}) + m_2(\text{NaF}) = 100 + 4,1 = 104,1 \text{ г.}$$

Тоді маса осаду, що утворюється через охолодження 104,5 г розчину:

$$m_{\text{ос}} = m_{40} - m_0 = 104,5 - 104,1 = 0,4 \text{ г.}$$

Збільшення маси вихідного розчину збільшує масу осаду пропорційно, тобто маса осаду, що утворюється через охолодження розчину масою 500 г складає:

$$m'_{\text{ос}} = m_{\text{ос}} \cdot \frac{m'_{40}}{m_{40}} = 0,4 \cdot \frac{500}{104,5} = 1,91 \text{ г.}$$

### Задачі для самостійного розв'язку

1. У воді розчинили калію гідроксид масою 11,2 г, об'єм розчину довели до 200 мл. Визначити молярну концентрацію отриманого розчину.

*Відповідь:* 1 моль/л.

2. Визначити молярну концентрацію розчину, отриманого розчиненням натрію сульфату масою 42,6 г у воді масою 300 г, якщо густина отриманого розчину дорівнює 1,12 г/мл. *Відповідь:* 0,98 моль/мл.
3. У воді масою 128 г розчинили метиловий спирт об'ємом 40 мл і густиною 0,8 г/мл. Визначити молярну концентрацію отриманого розчину, якщо його густина дорівнює 0,97 г/мл. *Відповідь:* 6,1 М.
4. Аміак, об'єм якого за нормальних умов дорівнює 2,8 л, розчинили у воді. Об'єм розчину довели до 500 мл. Яка кількість речовини аміаку міститься в такому ж розчині об'ємом 1 л? *Відповідь:* 0,25 моль.
5. Яка маса калію хлориду потрібна для приготування розчину цієї солі об'ємом 300 мл з концентрацією 0,15 М КСl? *Відповідь:* 3,35 г.
6. Визначити молярну концентрацію розчину з масовою часткою натрію гідроксиду 0,2, якщо густина розчину складає 1,22 г/мл. *Відповідь:* 6,1 моль/л.
7. Яка кількість речовини натрію нітрату міститься в розчині об'ємом 1 л з ваговим відсотком  $\text{NaNO}_3$  40%, густина якого 1,32 г/мл? *Відповідь:* 6,2 моль.
8. Визначити масову частку кальцію хлориду в розчині з концентрацією 1,4 М  $\text{CaCl}_2$ , густина якого дорівнює 1,12 г/мл. *Відповідь:* 0,139.
9. Який об'єм розчину з ваговим відсотком сульфатної кислоти 9,3 % (густина 1,05 г/мл) потрібно для приготування розчину 0,35 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$  об'ємом 40 мл. *Відповідь:* 14,05 мл.
10. Ваговий відсоток купруму (II) хлориду в насиченому за температури 20 °С розчині цієї солі дорівнює 42,7 %. Визначити розчинність купруму (II) хлориду за даної температури. *Відповідь:* 74,5 г.
11. У воді масою 100 г за температури 20 °С розчиняється натрію гідроксид масою 108,7 г. Яку масу натрію гідроксиду і води треба взяти



для приготування насиченого за температури 20 °С розчину луку масою 40 г? *Відповідь:* NaOH – 20,8г;H<sub>2</sub>O – 19,2 г.

12. Розчинність солі за температури 50 °С дорівнює 40 г, за температури 10 °С – 15 г. Визначити масу осаду, отриманого охолодженням насиченого за температури 50 °С розчину масою 70 г до температури 10 °С. *Відповідь:* 12,5 г.

13. У воді масою 100 г розчиняється за температури 30 °С амонію бромід масою 81,8 г. В результаті охолодження насиченого за температури 30 °С розчину NH<sub>4</sub>Br масою 300 г до температури 0 °С випадає в осад сіль масою 36,8 г. Визначити, яка маса амонію броміду може бути розчинена у воді масою 100 г за температури 0 °С. *Відповідь:* 59,5 г.

14. Вирахувати відсотковий вміст розчинених речовин у розчинах, що містять: а) 60 г AgNO<sub>3</sub> в 750 мл води; б) 15 г NaCl в 450 г води; в) 75 г K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> в 300 г води. *Відповідь:* а) 7,4 %; б) 3,22 %; в) 20 %.

15. За температури 40 °С гранична розчинність KClO<sub>3</sub> дорівнює 14 г. Вирахувати відсотковий вміст KClO<sub>3</sub> в розчині, насиченому за цієї температури. *Відповідь:* 12,28 %.

16. Вирахувати відсотковий вміст розчинених речовин для розчинів, що містять: а) 1 моль NH<sub>3</sub> в 3 моль води; б) 1/20 моля KMnO<sub>4</sub> в 200 г води; в) 50 г H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> в 50 моль води. *Відповідь:* а) 23,96 %; б) 3,8 %; в) 5,26 %.

17. Вирахувати відсотковий вміст безводних солей для розчинів наступних кристалогідратів: а) 100 г FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O в 900 г води; б) 14,3 г Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>·10H<sub>2</sub>O в 120 г води; в) 61 г BaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O в 239 г води. *Відповідь:* а) 5,47 %; б) 3,95 %; в) 17,33 %.

18. У якій кількості моль води потрібно розчинити 50 г H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, щоб отримати 10 %-вий розчин? *Відповідь:* 25 моль.

19. Яку масу Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·10H<sub>2</sub>O потрібно розчинити в 250 г води, щоб отримати розчин, що містить 5 % безводної солі? *Відповідь:* 32 г.

20. Вирахувати відсотковий вміст безводної солі в розчині, отриманого внаслідок розчинення 0,01 моль  $\text{Al}(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  в 1 моль води. *Відповідь:* 13,86 %.
21. Було змішано 300 г 40 %-го розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та 700 г 10%-го розчину цієї кислоти. Вирахувати відсотковий вміст  $\text{H}_2\text{SO}_4$  в отриманому розчині. *Відповідь:* 19 %.
22. Скільки грамів 32 %-го розчину  $\text{HNO}_3$  потрібно додати до 600 г 80%-го розчину цієї ж кислоти, щоб отримати 64%-ий розчин? *Відповідь:* 300 г.
23. Із 750 кг 48 %-го розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  випарили 300 кг води. Вирахувати відсотковий вміст  $\text{H}_2\text{SO}_4$  в отриманому розчині. *Відповідь:* 80 %.
24. Яка маса  $\text{P}_2\text{O}_5$  відповідає такій кількості  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , що міститься в 750 мл її 62 %-го розчину ( $\rho = 1,45$  г/мл)? *Відповідь:* 488,5 г.
25. Який об'єм 54 %-го розчину  $\text{HNO}_3$  ( $\rho = 1,34$  г/мл) потрібно додати до 1 л води, щоб отримати розчин, який містить 5 %  $\text{HNO}_3$ ? *Відповідь:* 76,15 мл.
26. Скільки літрів 2,5 %-го розчину  $\text{NaOH}$  ( $\rho = 1,03$  г/мл) можна приготувати із 80 мл 35 %-го розчину ( $\rho = 1,38$  г/мл)? *Відповідь:* 1,5 л.
27. Який об'єм 35 %-го розчину  $\text{NH}_3$  ( $\rho = 0,88$  г/мл) потрібно додати до 400 мл 15 %-го розчину  $\text{NH}_3$  ( $\rho = 0,94$  г/мл), щоб отримати 25 %-ий розчин? *Відповідь:* 427 мл.
28. Скільки грамів  $\text{KOH}$  потрібно для нейтралізації 280 г 7 %-го розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ? *Відповідь:* 22,4 г.
29. Скільки грамів  $\text{KOH}$  потрібно додати до 400 г 12 %-го розчину  $\text{KHSO}_3$ , щоб отримати нормальну сіль? *Відповідь:* 26,88 г.
30. Скільки грамів 3%-го розчину гідроген пероксиду потрібно для виділення з розчину  $\text{KI}$  0,254 г йоду? *Відповідь:* 1,13 г.
31. Скільки грамів 4 %-го розчину  $\text{BaCl}_2$  потрібно додати до розчину сульфатної кислоти, щоб утворилося 11,65 г  $\text{BaSO}_4$ ? *Відповідь:* 260 г.

32. Скільки грамів 8 %-го розчину NaOH потрібно для нейтралізації 292 г 20 %-го розчину HCl? *Відповідь:* 800 г.
33. До 250 г 12%-го розчину AgNO<sub>3</sub> додали 300 г 4 %-го розчину NaCl. Вирахувати масу утвореного аргентум хлориду. Яка речовина і в якій кількості не ввійде в реакцію? *Відповідь:* 25,3 г; 1,68 г NaCl.
34. Скільки грамів 6 %-го розчину NaOH потрібно для розкладу 60 г технічного амоній хлориду, що містить 5 % сторонніх домішок? *Відповідь:* 710 г.
35. Скільки грамів AgNO<sub>3</sub> потрібно для обмінної взаємодії із 60 мл 12,2 %-го розчину HCl ( $\rho = 1,06$  г/мл)? *Відповідь:* 36,17 г.
36. Скільки грамів BaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O потрібно для реакції обмінної взаємодії із 75 мл 2,3 %-го розчину H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ( $\rho = 1,015$  г/мл)? *Відповідь:* 4,36 г.
37. Який об'єм 20 %-го розчину HCl ( $\rho = 1,1$  г/мл) потрібно для взаємодії із 40 г CaCO<sub>3</sub>? *Відповідь:* 132,6 мл.
38. Скільки мілілітрів 4,5 %-го розчину H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ( $\rho = 1,03$  г/мл) потрібно для взаємодії із 50 г технічного натрій гідрокарбонату, який містить 16 % домішок, що не розкладаються кислотами? *Відповідь:* 528,6 мл.
39. Який об'єм 27 %-го розчину KOH ( $\rho = 1,25$  г/мл) потрібно для утворення калій гідроортофосфату із 200 мл 40 %-го розчину H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ( $\rho = 1,26$  г/мл)? *Відповідь:* 341,8 мл.
40. Скільки мілілітрів 5,5 %-го розчину HNO<sub>3</sub> ( $\rho = 1,03$  г/мл) потрібно для нейтралізації 60 мл 12 %-го KOH ( $\rho = 1,1$  г/мл)? *Відповідь:* 157 мл.
41. До 700 мл 84,5 %-го розчину H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ( $\rho = 1,78$  г/мл) було додано 1200 мл 42 %-го розчину NaOH ( $\rho = 1,45$  г/мл). Скільки мілілітрів 35 %-го розчину KOH ( $\rho = 1,35$  г/мл) потрібно додати до розчину, щоб отримати нейтральну реакцію? *Відповідь:* 380 мл.
42. Скільки моль NH<sub>3</sub> міститься в 500 мл його 32,5 %-го розчину ( $\rho = 0,888$  г/мл)? *Відповідь:* 8,48 моль.

43. У якому об'ємі 25 %-го розчину ацетатної кислоти  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ( $\rho = 1,035$  г/мл) міститься 1 моль цієї кислоти? *Відповідь:* 232 мл.
44. Для нейтралізації певної кількості  $\text{HCl}$  було достатньо додати 25 мл 4,5 %-го розчину  $\text{NaOH}$  ( $\rho = 1,05$  г/мл). Скільки грамів  $\text{AgCl}$  буде отримано із такої ж кількості кислоти додаванням  $\text{AgNO}_3$ ? *Відповідь:* 4,23 г.
45. Скільки мілілітрів 8 %-го розчину  $\text{NaOH}$  ( $\rho = 1,09$  г/мл) потрібно для нейтралізації 75 мл розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , якщо відомо, що із 10 мл розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  можна отримати 0,2334 г  $\text{BaSO}_4$ ? *Відповідь:* 6,88 мл.
46. Який об'єм гідроген хлориду, виміряному за тиску 109,4 кПа та 22 °С, потрібно для реакції утворення солі із 750 мл 22,4 %-го розчину  $\text{KOH}$  ( $\rho = 1,20$  г/мл)? *Відповідь:* 80,5 мл.
47. Скільки літрів карбону (IV) оксиду, виміряного за 17 °С та 100 кПа, потрібно пропустити через 1,6 л 25 %-го розчину  $\text{KOH}$  ( $\rho = 1,23$  г/мл), щоб отримати калію гідрокарбонат  $\text{KHCO}_3$ ? Вирахувати масу отриманого гідрокарбонату. *Відповідь:* 211,5 мл; 878 г.
48. Який об'єм 16 %-го розчину  $\text{NaOH}$  ( $\rho = 1,18$  г/мл) потрібно для взаємодії із 7,6 л  $\text{H}_2\text{S}$ , якщо відомо, що при цьому утворюється  $\text{NaHS}$ ? Газ виміряний за 15 °С та 96 кПа. *Відповідь:* 64,5 мл.
49. Скільки грамів  $\text{CaCO}_3$  можна розчинити в 100 мл 20 %-го розчину  $\text{HCl}$  ( $\rho = 1,1$  г/мл). Вирахувати об'єм, який займе газ, що виділився за 40,5 кПа та -3 °? *Відповідь:* 30,16 г; 16,7 л.
50. До 400 г цинку додали 2 л 20 %-го розчину  $\text{HCl}$  ( $\rho = 1,1$  г/мл). Вирахувати об'єм водню, що виділився за 103,3 кПа і 37 °С та масу цинку, що залишився невикористаним. *Відповідь:* 150,5 л; 5,6 г.
51. Який об'єм 27 %-го розчину  $\text{KOH}$  ( $\rho = 1,25$  г/мл) потрібно додати до надлишку амоній хлориду, щоб за 17 °С і 100 кПа отримати 38 л аміаку? *Відповідь:* 262 мл.

## Практичне заняття 5. Теорія електролітичної дисоціації

*Зміст заняття: Електроліти. Ступінь дисоціації. Константа дисоціації. Закон розведення Оствальда. [4], [22]-[24]*

Електроліти – це речовини, які під дією полярних молекул розчинника (в розчинах) або температури (в розплавах) розпадаються на позитивно та негативно заряджені частинки – іони. Цей процес називається електролітичною дисоціацією.

Основою теорії електролітичної дисоціації є такі положення:

- розчинення електроліту супроводжується розщепленням його молекул на іони під впливом полярних молекул розчинник;
- іони взаємодіють з диполями розчинника й утворюють сольватовані (гідратовані) іони;
- процес дисоціації є оборотним.

Кількісною характеристикою процесу дисоціації, тобто мірою спроможності речовин розпадатися на іони, є ступінь електролітичної дисоціації  $\alpha$ . Він визначається відношенням числа молекул, що розпалися на іони  $N_{\text{дис}}$  до числа всіх молекул розчиненої речовини  $N_{\text{заг}}$ :

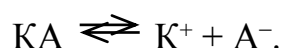
$$\alpha = \frac{N_{\text{дис}}}{N_{\text{заг}}},$$

або, використовуючи значення концентрації частинок,

$$\alpha = \frac{C_{\text{дис}}}{C_{\text{заг}}}.$$

Вимірюють  $\alpha$  у частках одиниці або у відсотках.

Слабкі електроліти дисоціюють в розчинах частково, тобто процес їх дисоціації є оборотним:



Тому рано чи пізно в такому процесі настає рівновага, що характеризується константою рівноваги, яку називають константою дисоціації слабкого електроліту:

$$K_{\text{д}} = \frac{[\text{K}^+] \cdot [\text{A}^-]}{[\text{КА}]},$$

де  $[\text{K}^+]$ ,  $[\text{A}^-]$ ,  $[\text{КА}]$  – рівноважні концентрації іонів і молекул електроліту. Константа дисоціації слабкого електроліту не залежить від концентрації розчину.

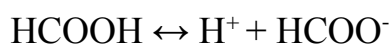
Між константою і ступенем дисоціації є зв'язок, відомий під назвою закону розведення Оствальда (Оствальд В.Ф., 1888 р.):

$$K_{\text{д}} = \frac{C_{\text{м}} \cdot \alpha^2}{1 - \alpha},$$

який для дуже слабких електролітів ( $\alpha \leq 0,1$ ,  $C/K_{\text{д}} \geq 100$ ) набуває вигляду

$$K_{\text{д}} = C_{\text{м}} \cdot \alpha^2.$$

**Приклад 1:** Константа дисоціації мурашиної кислоти ( $\text{НСООН}$ ), яка дисоціює згідно рівняння



складає  $2,1 \cdot 10^{-4}$ . Розрахувати  $\alpha$  та  $[\text{H}^+]$  для 0,3 М розчину цієї кислоти.

Розв'язок: Згідно спрощеної форми закону розведення Оствальда

$$\alpha = \sqrt{\frac{K}{C}} = \sqrt{\frac{2,1 \cdot 10^{-4}}{0,3}} = 2,64 \cdot 10^{-2},$$

що відповідає 2,64 %.

$$[\text{H}^+] = C \cdot \alpha = 0,3 \cdot 2,64 \cdot 10^{-2} = 7,9 \cdot 10^{-3} \text{ моль/л.}$$

Варіант розв'язку: вираз для константи дисоціації в загальному вигляді:

$$K = \frac{[\text{H}^+] \cdot [\text{НСОО}^-]}{[\text{НСООН}]}.$$

Чисельник являє собою добуток концентрацій іонів, ці концентрації рівні одна одній, тому чисельник можна замінити виразом  $[H^+]^2$ . Знаменник являє собою концентрацію недисоційованої частини кислоти, яку, якщо знехтувати дисоційованою частиною, приймемо рівною загальній концентрації електроліту. В цьому випадку:

$$K = \frac{[H^+]^2}{C}, \quad [H^+] = \sqrt{K \cdot C}.$$

$$[H^+] = \sqrt{2,1 \cdot 10^{-4} \cdot 0,3} = 7,9 \cdot 10^{-3} \text{ моль/л},$$

$$\alpha = \frac{[H^+]}{C} = \frac{7,9 \cdot 10^{-3}}{0,3} = 2,64 \cdot 10^{-2} \text{ моль/л}.$$

**Приклад 2:** Розрахувати  $\alpha$  та  $[H^+]$  для 0,05 М розчину хлорацетатної кислоти ( $CH_2ClCOOH$ ),  $K_d = 1,4 \cdot 10^{-3}$ .

Розв'язок: Запишемо рівняння закону розведення Оствальда у вигляді

$$C_M \cdot \alpha^2 + K_d \cdot \alpha - K_d = 0,$$

тоді

$$\alpha = \frac{K + \sqrt{K^2 + 4K \cdot C}}{2C} = \frac{-1,4 \cdot 10^{-3} + \sqrt{1,96 \cdot 10^{-6} + 4 \cdot 1,4 \cdot 10^{-3} \cdot 5 \cdot 10^{-2}}}{2 \cdot 5 \cdot 10^{-2}} = 0,154.$$

$$[H^+] = C \cdot \alpha = 5 \cdot 10^{-2} \cdot 0,154 = 7,7 \cdot 10^{-3} \text{ моль/л}.$$

### Задачі для самостійного розв'язку

1. Нижче наведені значення  $\alpha$  для розчинів ацетатної кислоти різної концентрації:

$[CH_3COOH]$ , моль/л	0,1	0,08	0,03	0,01
$\alpha$	$1,34 \cdot 10^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-2}$	$2,45 \cdot 10^{-2}$	$4,15 \cdot 10^{-2}$

Знайти в кожному випадку величину  $K_d$ . *Відповідь:*  $1,8 \cdot 10^{-5}$ .

2. Знайти  $[H^+]$  в 0,1 М розчині HCN ( $K_d = 6,2 \cdot 10^{-11}$ ). Скільки грамів  $CN^-$  у вигляді іонів міститься в 0,6 л даного розчину? *Відповідь:*  $7,9 \cdot 10^{-6}$ ;  $1,23 \cdot 10^{-4}$ .

3. За якої молярної концентрації ацетатної кислоти в розчині її ступінь дисоціації дорівнює 0,01? За якої концентрації  $\alpha$  збільшиться в два рази?  $K_a = 1,8 \cdot 10^{-5}$ . *Відповідь:* 0,178 моль/л; 0,044 моль/л.
4. Знайти  $\alpha$  і  $[H^+]$  в 0,05 М розчині нітратної кислоти ( $K_a = 5 \cdot 10^{-4}$ ). *Відповідь:* 0,1;  $5 \cdot 10^{-3}$ .
5. У скільки разів  $[H^+]$  в розчині мурашиної кислоти ( $K_a = 2,1 \cdot 10^{-4}$ ) більше, ніж в розчині ацетатної кислоти ( $K_a = 1,8 \cdot 10^{-5}$ ) тієї ж концентрації? *Відповідь:* в 3,42 рази.
6. За якої молярної концентрації мурашиної кислоти ( $K_a = 2 \cdot 10^{-4}$ ) 95 % її знаходиться в недисоційованому стані? *Відповідь:* 0,08.
7. Знайти  $[H^+]$  і  $\alpha$  в 1%-ому розчині ацетатної кислоти ( $K_a = 1,8 \cdot 10^{-5}$ ), прийнявши  $\rho = 1$  г/мл. *Відповідь:*  $1,7 \cdot 10^{-3}$ ; 0,01.
8. За якого відсоткового вмісту мурашиної кислоти в розчині ( $\rho \approx 1$ ) концентрація протонів  $[H^+]$  складає  $8,4 \cdot 10^{-3}$  моль/л? *Відповідь:* 1,55 %.
9. Знайти  $\alpha$  і  $[H^+]$  в 1 М розчинах кислот: а) дихлорацетатної  $CHCl_2COOH$  ( $K_a = 5 \cdot 10^{-2}$ ); б) трихлорацетатної  $CCl_3COOH$  ( $K_a = 2 \cdot 10^{-1}$ ); в) хлоритної  $HClO_2$  ( $K_a = 1,1 \cdot 10^{-2}$ ). *Відповідь:* а) 0,2; б) 0,36; в) 0,1.
10. Знайти  $\alpha$  і  $[H^+]$ : а) в 0,3 М розчині HF ( $K_a = 6,8 \cdot 10^{-4}$ ); б) в 0,01 М розчині тієї ж кислоти. *Відповідь:* а)  $4,7 \cdot 10^{-2}$ ; б) 0,23.

### Практичне заняття 6. Реакції в розчинах електролітів

**Зміст заняття:** Визначення концентрації іонних форм в процесі дисоціації багатоосновних кислот. [4], [22], [24]

В розчинах багатоосновних кислот встановлюється декілька рівноваг, кожна з яких відповідає певному ступеню дисоціації



багатоосновної кислоти та характеризується відповідною константою. При цьому переважаюче значення має дисоціація за першим ступенем.

Для обчислення іонного складу розчину багатоосновної кислоти, що містить деяку кількість сильної кислоти, вважають, що концентрація іонів  $H^+$  практично залежить тільки від концентрації сильної кислоти, а концентрація іонів  $H^+$ , які утворюються в результаті дисоціації багатоосновної кислоти, є незначною.

Вода є слабким електролітом, її константа дисоціації за  $22\text{ }^\circ\text{C}$  складає

$$K = \frac{[H^+] \cdot [OH^-]}{[H_2O]} = 1,8 \cdot 10^{-16}.$$

Враховуючи концентрацію води  $55,55$  моль/л та незначну кількість дисоційованих молекул, можна записати

$$[H^+] \cdot [OH^-] = K \cdot [H_2O] = 1,8 \cdot 10^{-16} \cdot 55,55 = 1 \cdot 10^{-14} = K_w.$$

Для води та її розчинів добуток концентрації іонів  $H^+$  і  $OH^-$  є величиною сталою за даної температури і має назву іонний добуток води.

Для зручності використовують логарифми концентрацій іонів  $H^+$  і  $OH^-$ , взяті із оберненими знаками. Ці величини називають водневим та гідроксильним показником та позначають символами  $pH$  і  $pOH$ :

$$pH = -\lg [H^+]; \quad pOH = -\lg [OH^-]; \quad pH + pOH = 14.$$

**Приклад 1:** Концентрація насиченого за  $20\text{ }^\circ\text{C}$  розчину  $H_2S$  складає  $0,13$  моль/л. Розрахувати  $[H^+]$ ,  $[HS^-]$  та  $[S^{2-}]$ .

Розв'язок: Виходячи з  $K_1 = 1 \cdot 10^{-7}$  і вважаючи, що дисоціацією по другій стадії:  $HS^- \leftrightarrow H^+ + S^{2-}$  – можна знехтувати, знаходимо  $[H^+] \approx [HS^-] = \sqrt{K_1 \cdot C} = \sqrt{1 \cdot 10^{-7} \cdot 0,13} = 1,1 \cdot 10^{-4}$  моль/л.

Для наближеного обчислення  $[S^{2-}]$  виходимо з виразу:  $K_2 = \frac{[H^+] \cdot [S^{2-}]}{[HS^-]} =$

$1,0 \cdot 10^{-14}$ . Враховуючи, що  $[H^+] \approx [HS^-]$ , приходимо до висновку  $[S^{2-}] \approx K_2 = 1,0 \cdot 10^{-14}$ .

**Приклад 2:** Визначити концентрацію іонів  $HS^-$  та  $S^{2-}$  в  $0,13$  М розчині  $H_2S$ , який містить  $0,01$  моль/л  $HCl$ .

Розв'язок: З умови,  $[H^+] = 0,01$  моль/л. Визначимо концентрацію іонів  $HS^-$

$$K_1 = \frac{[H^+] \cdot [HS^-]}{[H_2S]} = \frac{0,01 \cdot [HS^-]}{0,13};$$

$$[HS^-] = \frac{K_1 \cdot 0,13}{0,01} = \frac{1 \cdot 10^{-7} \cdot 0,13}{0,01} = 1,3 \cdot 10^{-6} \text{ моль/л.}$$

Отримане значення підставляємо у вираз  $K_2 = \frac{[H^+] \cdot [S^{2-}]}{[HS^-]}$ , тоді

$$[S^{2-}] = \frac{K_2 \cdot [HS^-]}{[H^+]} = \frac{1,0 \cdot 10^{-14} \cdot 1,3 \cdot 10^{-6}}{0,01} = 1,3 \cdot 10^{-18} \text{ моль/л.}$$

### Задачі для самостійного розв'язку

1. Знайти концентрацію іонів  $H^+$ ,  $HCO_3^-$  і  $CO_3^{2-}$  в  $2 \cdot 10^{-3}$  М розчині карбонатної кислоти.  $K_1 = 4,5 \cdot 10^{-7}$ ,  $K_2 = 4,8 \cdot 10^{-11}$ . Відповідь:  $3 \cdot 10^{-5}$ ;  $3 \cdot 10^{-5}$ ;  $4,8 \cdot 10^{-11}$ .
2. Знайти концентрацію іонів  $H^+$ ,  $HSe^-$  і  $Se^{2-}$  в  $0,7$  М розчині  $H_2Se$ .  $K_1 = 1,3 \cdot 10^{-4}$ ,  $K_2 = 1 \cdot 10^{-11}$ . Відповідь:  $9,5 \cdot 10^{-3}$ ;  $1 \cdot 10^{-11}$ .
3. Знайти концентрацію іонів  $H^+$ ,  $HSeO_3^-$  і  $SeO_3^{2-}$  в розчині  $H_2SeO_3$  ( $K_1 = 2,4 \cdot 10^{-3}$ ,  $K_2 = 4,8 \cdot 10^{-9}$ ), концентрація якого: а)  $0,6$  М; б)  $0,1$  М. Відповідь: а)  $3,8 \cdot 10^{-2}$ ,  $4,8 \cdot 10^{-9}$ ; б)  $1,43 \cdot 10^{-2}$ ,  $4,8 \cdot 10^{-9}$ .
4. Знайти концентрацію іонів  $H^+$ ,  $H_2AsO_4^-$  і  $AsO_4^{3-}$  в розчині  $H_3AsO_4$  ( $K_1 = 6 \cdot 10^{-3}$ ,  $K_2 = 1 \cdot 10^{-7}$  і  $K_3 = 3 \cdot 10^{-12}$ ), концентрація якого: а)  $1$  М; б)  $0,3$  М. Відповідь: а)  $7,7 \cdot 10^{-2}$ ,  $1 \cdot 10^{-7}$ ,  $3,9 \cdot 10^{-18}$ ; б)  $3,9 \cdot 10^{-2}$ ,  $1 \cdot 10^{-7}$ ,  $7,7 \cdot 10^{-18}$ .

5. Знайти концентрація іонів  $\text{HSe}^-$  і  $\text{Se}^{2-}$  в 0,2 М розчині ( $K_1 = 1,3 \cdot 10^{-4}$ ,  $K_2 = 1 \cdot 10^{-11}$ ), що містить  $5 \cdot 10^{-2}$  моль/л. *Відповідь:*  $5,2 \cdot 10^{-4}$ ;  $1,0 \cdot 10^{-13}$ .
6. Якою повинна бути концентрація іонів  $\text{H}^+$  в 0,1 М розчині  $\text{H}_2\text{S}$ , підкисленою сульфатною кислотою, щоб концентрація іонів  $\text{S}^{2-}$  становила  $2,5 \cdot 10^{-19}$  моль/л? Скільки моль  $\text{H}_2\text{SO}_4$  міститься в 1 л розчину і чому рівна при цьому концентрація іонів  $\text{HS}^-$ ? *Відповідь:*  $2 \cdot 10^{-2}$ ; 0,01 моль/л;  $5 \cdot 10^{-7}$ .
7. Знайти концентрацію іонів  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$  і  $\text{PO}_4^{3-}$  в 0,4 М розчині  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , в якому величина  $[\text{H}^+]$  після додавання  $\text{HCl}$  становить 0,1 моль/л. *Відповідь:*  $3 \cdot 10^{-2}$ ;  $1,8 \cdot 10^{-8}$ ;  $7,6 \cdot 10^{-20}$ .

### Практичне заняття 7. Водневий показник (рН)

*Зміст заняття:* рН розчинів слабких та сильних кислот і основ. [4], [19]

Величину рН для розчинів електролітів можна розрахувати за наступними формулами:

- розчин сильної кислоти

$$\text{pH} = -\lg C_{\text{H}^+} = -\lg C_{\text{кислоти}}\left(\frac{1}{z}\right),$$

де  $C_{\text{кислоти}}\left(\frac{1}{z}\right)$  – нормальна (еквівалентна) концентрація кислоти;

- розчин слабкої кислоти

$$\text{pH} = -\frac{1}{2} \lg K_{\text{кислоти}} - \frac{1}{2} \lg C_{\text{кислоти}}\left(\frac{1}{z}\right),$$

де  $K_{\text{кислоти}}$  – константа дисоціації слабкої кислоти;

- розчин сильної основи

$$\text{pH} = 14 + \lg C_{\text{OH}^-} = 14 + \lg C_{\text{основи}}\left(\frac{1}{z}\right);$$

- розчин слабкої основи

$$\text{pH} = 14 + \frac{1}{2} \lg K_{\text{основи}} + \frac{1}{2} \lg C_{\text{основи}} \left( \frac{1}{z} \right),$$

де  $K_{\text{основи}}$  – константа дисоціації слабкої основи;

- розчин солі, утвореної слабкою основою та сильною кислотою

$$\text{pH} = 7 + \frac{1}{2} \lg K_{\text{основи}} - \frac{1}{2} \lg C_{\text{солі}};$$

- розчин солі, утвореної слабкою кислотою та сильною основою

$$\text{pH} = 7 - \frac{1}{2} \lg K_{\text{кислоти}} + \frac{1}{2} \lg C_{\text{солі}};$$

- розчин солі, утвореної слабкою кислотою та слабкою основою

$$\text{pH} = 7 - \frac{1}{2} \lg K_{\text{кислоти}} + \frac{1}{2} \lg K_{\text{основи}}.$$

### Задачі для самостійного розв'язку

1. Виходячи з констант дисоціації слабких електролітів обчислити pH наступних розчинів: а) 0,25 н.  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ;  $K = 1,8 \cdot 10^{-5}$ ; б) 0,01 н.  $\text{HCN}$ ;  $K = 7,2 \cdot 10^{-10}$ ; в)  $\frac{1}{200}$  М  $\text{HNO}_2$ ,  $K = 5 \cdot 10^{-4}$ ; г) 0,01 М  $\text{NH}_4\text{OH}$ ;  $K = 1,8 \cdot 10^{-5}$ .

*Відповідь:* а) 2,67; б) 5,57; в) 2,8; г) 10,63.

2. Скільки грамів КОН міститься в 10 л розчину, pH якого дорівнює 11?

*Відповідь:* 0,56 г.

3. Обчислити pH 0,3 %-го розчину ацетатної кислоти ( $K = 1,8 \cdot 10^{-5}$ ).

Густину розчину прийняти за одиницю. *Відповідь:* 3,02.

4. Обчислити молярність розчину мурашиної кислоти, pH якого дорівнює 3 ( $K = 2,1 \cdot 10^{-4}$ ). *Відповідь:*  $4,76 \cdot 10^{-3}$ .

5. Скільки моль ацетатної кислоти ( $K = 1,8 \cdot 10^{-5}$ ) міститься в 1 л розчину, pH якого дорівнює pH 0,1 М розчину карбонатної кислоти ( $K_1 = 4,5 \cdot 10^{-7}$ )?

*Відповідь:*  $1,67 \cdot 10^{-3}$ .

6. Яким об'ємом води слід розвести 1 л 0,6 %-го розчину ацетатної кислоти ( $\rho \approx 1$ ) для одержання розчину, рН якого дорівнює 3 ( $K = 1,8 \cdot 10^{-5}$ )?

*Відповідь:* 0,8 л.

7. Скільки грамів ацетатної кислоти необхідно додати до розчину ацетатної кислоти, рН якого дорівнює 4, щоб знизити рН до 3,5? *Відповідь:* 0,3 г.

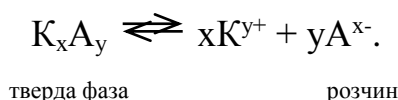
8. Обчислити рН: а) 0,2 М розчину хлорацетатної кислоти  $\text{CH}_2\text{ClCOOH}$ ; б)  $1 \cdot 10^{-2}$  М розчину тієї ж кислоти ( $K = 1,4 \cdot 10^{-3}$ ). *Відповідь:* а) 1,78; б) 2,5.

9. Обчислити рН: а) 1 М розчину оксалатної кислоти  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ; б) 0,01 М розчину тієї ж кислоти ( $K_1 = 5,6 \cdot 10^{-2}$ ). *Відповідь:* а) 0,68; б) 2,06.

### Практичне заняття 8. Добуток розчинності

*Зміст заняття:* Добуток розчинності малорозчинної солі. Розрахунок розчинності малорозчинної солі. Зміна концентрації окремих іонів через додавання сильного електроліту. [4], [23], [24]

У насиченому розчині малорозчинного електроліту  $\text{K}_x\text{A}_y$ , що знаходиться в зіткненні з твердою фазою, безперервно перебігають два протилежно спрямованих процесу: взаємодія поверхневих молекул твердої речовини з диполями води з утворенням гідратованих іонів  $\text{K}^+$  і  $\text{A}^-$ , з одного боку, та дегідратація іонів з утворенням твердої фази – з іншого. Коли обидва процеси перебігають з однаковою швидкістю, в системі встановлюється рівновага:



Перехід іонів в розчин і зворотний процес – включення іонів в кристалічну структуру твердої речовини – відбуваються лише на її

поверхні, яка є сталою величиною. У такому разі на основі закону діючих мас стан рівноваги залежить тільки від добутку концентрацій іонів, який для даного малорозчинного електроліту є величиною сталою за даної температури. Цей добуток концентрацій іонів називається *добутком розчинності* і позначається символом ДР.

Якщо добуток концентрацій іонів менше значень ДР малорозчинного електроліту або дорівнює йому, то за цих умов осад не утворюється. У першому випадку розчин є ненасиченим, а в другому – тільки досяг насичення по відношенню до даної малорозчинної сполуки. Осад утворюється лише в тому випадку, коли добуток концентрацій іонів більше ДР, і припиняється, коли ці величини стають рівними одна одній, тобто коли в системі встановлюється динамічна рівновага між розчином і твердою фазою.

Збільшення концентрації одного виду іонів в насиченому розчині малорозчинного електроліту призводить до зменшення концентрації іншого виду іонів. Величина ж ДР залишається сталою за даної температури. Наслідком цього є важливе правило, широко використовуване в практиці хімічного аналізу. Розчинність малорозчинного електроліту зменшується, якщо його розчин містить добре розчинний електроліт, який має загальний іон з малорозчинним електролітом.

**Приклад 1:** Визначити розчинність  $\text{CaCO}_3$ .

Розв'язок: Позначимо молярну розчинність  $\text{CaCO}_3$  як  $S$ , моль/л, тоді концентрація кожного з іонів буде дорівнювати тій же величині  $S$ , а добуток розчинності буде складати

$$\text{ДР} = S^2, \text{ або } S = \sqrt{\text{ДР}}.$$

Тоді

$$S = \sqrt{4,8 \cdot 10^{-9}} = 6,9 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л.}$$

Така саме величина молярної розчинності  $\text{CaCO}_3$ , а розчинність в грам на літр буде складати

$$S \cdot M(\text{CaCO}_3) = 6,9 \cdot 10^{-5} \cdot 100 = 6,9 \cdot 10^{-3} \text{ г/л.}$$

**Приклад 2:** Визначити розчинність (в моль на літр та в грам на літр) і молярні концентрації іонів в розчині  $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$  ( $M(\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2) = 310 \text{ г/моль}$ ,  $\text{ДР} = 6 \cdot 10^{-39}$ ).

Розв'язок: Згідно умові задачі

$$\text{ДР} = [\text{Ba}^{2+}]^3 \cdot [\text{PO}_4^{3-}]^2 = [3S]^3 \cdot [2S]^2 = 27S^3 \cdot 4S^2 = 108S^5,$$

де  $S$  – розчинність  $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$ , моль/л.

Знаходимо

$$S = \sqrt[5]{\frac{6 \cdot 10^{-39}}{108}} = \sqrt[5]{0,555 \cdot 10^{-40}} = 0,89 \cdot 10^{-8} \text{ моль/л}$$

або  $310 \cdot 0,89 \cdot 10^{-8} = 2,76 \cdot 10^{-6} \text{ г/л.}$

Концентрація іонів  $\text{Ba}^{2+}$  складає

$$0,89 \cdot 10^{-8} \cdot 3 = 2,7 \cdot 10^{-8} \text{ моль/л,}$$

а іонів  $\text{PO}_4^{3-}$

$$0,89 \cdot 10^{-8} \cdot 2 = 1,8 \cdot 10^{-8} \text{ моль/л.}$$

**Приклад 3:** Добуток розчинності  $\text{SrSO}_4$  складає  $3,2 \cdot 10^{-7}$ . Визначити розчинність  $\text{SrSO}_4$ . У скільки разів зменшиться розчинність  $\text{SrSO}_4$  після додавання до 1 л насиченого розчину 0,01 моль  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ?

Розв'язок: Розчинність  $\text{SrSO}_4$  у воді складає

$$\sqrt{3,2 \cdot 10^{-7}} = 5,6 \cdot 10^{-4} \text{ моль/л. Якщо позначити як } S, \text{ моль/л, розчинність } \text{SrSO}_4$$

в 0,01 М розчині  $\text{K}_2\text{SO}_4$ , то концентрація іонів  $\text{Sr}^{2+}$  буде складати  $S$  моль/л, а концентрація іонів  $\text{SO}_4^{2-}$  –  $(S+0,01)$  моль/л, де 0,01 – додаткова концентрація  $\text{SO}_4^{2-}$ , яка відповідає 0,01 моль  $\text{K}_2\text{SO}_4$ .

Добуток концентрації іонів дорівнює ДР, тобто

$$S \cdot (S + 0,01) = 3,2 \cdot 10^{-7} \text{ або } S^2 + 0,01S = 3,2 \cdot 10^{-7}.$$

Враховуючи, що  $S^2$  є дуже малою, тоді нею можна знехтувати:

$$0,01S = 3,2 \cdot 10^{-7}, \text{ звідки } S = 3,2 \cdot 10^{-5}.$$

Розчинність  $\text{SrSO}_4$  в 0,01 М розчині  $\text{K}_2\text{SO}_4$  менше її розчинності у воді приблизно у

$$\frac{5,6 \cdot 10^{-4}}{3,2 \cdot 10^{-5}} = 17 \text{ разів.}$$

### Задачі для самостійного розв'язку

1. Насичений розчин  $\text{BaCrO}_4$  містить  $1,5 \cdot 10^{-5}$  моль солі в 1 л розчину. Визначити добуток розчинності  $\text{BaCrO}_4$ . *Відповідь:*  $2,25 \cdot 10^{-10}$ .
2. В 1 л насиченого за кімнатної температури розчину  $\text{AgIO}_3$  міститься 0,044 г солі. Визначити добуток розчинності  $\text{AgIO}_3$ . *Відповідь:*  $2,24 \cdot 10^{-10}$ .
3. Добуток розчинності  $\text{BaSO}_4$  становить  $1,1 \cdot 10^{-10}$ . Розрахувати розчинність  $\text{BaSO}_4$  у молях на літр та у грамах на літр. *Відповідь:*  $1,05 \cdot 10^{-10}$ ;  $2,45 \cdot 10^{-3}$ .
4. Добуток розчинності  $\text{AgI}$  становить  $8,3 \cdot 10^{-17}$ . Розрахувати розчинність  $\text{AgI}$  у молях на літр та у грамах на літр. *Відповідь:*  $9,1 \cdot 10^{-9}$ ;  $2,14 \cdot 10^{-6}$ .
5. Добуток розчинності  $\text{CaSO}_4$  становить  $9,1 \cdot 10^{-6}$ . Яка частина моль кальцію міститься в 300 мл насиченого розчину? Скільки грамів кальцію у вигляді іонів міститься у 8 л насиченого розчину? *Відповідь:*  $9 \cdot 10^{-4}$ ; 0,96.
6. Добуток розчинності  $\text{SrSO}_4$  становить  $3,2 \cdot 10^{-7}$ . Розрахувати: а) в якому об'ємі розчину міститься 0,1 г  $\text{SrSO}_4$ ; б) в якому об'ємі розчину міститься 0,56 моль стронцію. *Відповідь:* а) 1,03 л; б) 1 м<sup>3</sup>.
7. У 6 л насиченого розчину  $\text{PbSO}_4$  міститься у вигляді іонів 0,186 г свинцю. Визначити добуток розчинності  $\text{PbSO}_4$ . *Відповідь:*  $2,2 \cdot 10^{-8}$ .



8. В 1 л насиченого розчину  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  міститься за деякої температури 0,025 г солі. Обчислити добуток розчинності  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ . *Відповідь:*  $1,7 \cdot 10^{-12}$ .
9. Обчислити добуток розчинності  $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ , якщо в 1 л насиченого розчину міститься  $1,2 \cdot 10^{-6}$  г розчиненої солі. *Відповідь:*  $7,7 \cdot 10^{-43}$ .
10. Добуток розчинності  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$  становить  $1,3 \cdot 10^{-20}$ . Обчислити розчинність  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$  у моль на літр та у грамах на літр. В якому об'ємі насиченого розчину  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$  міститься 0,003 моль аргентуму? *Відповідь:*  $4,67 \cdot 10^{-6}$ ;  $1,95 \cdot 10^{-3}$ ; 214 л.
11. У 50 мл насиченого розчину  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$  міститься  $6,3 \cdot 10^{-6}$  моль  $\text{CO}_3^{2-}$ . Обчислити добуток розчинності  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$ . *Відповідь:*  $8 \cdot 10^{-12}$ .
12. У 100 мл насиченого розчину  $\text{PbI}_2$  міститься 0,0268 г плюмбуму у вигляді іонів. Обчислити добуток розчинності  $\text{PbI}_2$ . *Відповідь:*  $8,7 \cdot 10^{-9}$ .
13. Добуток розчинності  $\text{Ag}_3\text{AsO}_4$  становить  $1 \cdot 10^{-22}$ . В якому об'ємі насиченого розчину містяться 6,4 мг розчиненої солі? *Відповідь:* 10 л.
14. В якому об'ємі насиченого розчину  $\text{CaCO}_3$  ( $\text{ДР} = 4,8 \cdot 10^{-9}$ ) міститься 1 г солі? *Відповідь:* 144 л.
15. Обчислити розчинність (у моль/л) наступних малорозчинних сполук у розчинах електролітів, які містять однойменний іон:
- а)  $\text{AgIO}_3$  ( $\text{ДР} = 3 \cdot 10^{-8}$ ) у 0,1 М розчині  $\text{NaIO}_3$ ;
  - б)  $\text{CaF}_2$  ( $\text{ДР} = 4 \cdot 10^{-11}$ ) у 0,05 М розчині  $\text{CaCl}_2$ ;
  - в)  $\text{BaSO}_4$  ( $\text{ДР} = 1,1 \cdot 10^{-10}$ ) у 0,05 М розчині  $\text{MgSO}_4$ .
- Відповідь:* а)  $3 \cdot 10^{-7}$ ; б)  $1,4 \cdot 10^{-5}$ ; в)  $2,2 \cdot 10^{-9}$ .

### Практичне заняття 9. Електродні реакції. Потенціал електрода

*Зміст завдання:* Рівноважні електродні реакції. Рівняння Нернста. Розрахунок потенціалу електродної реакції. [1], [4], [7]-[9], [18], [24]

Якщо металеву пластинку занурити у воду, то полярні молекули води внаслідок гідратації поверхні спричинять перехід гідратованих катіонів металу в розчин. При цьому електрони, що у надлишку залишаються в металі, заряджають його поверхневий шар негативно.

В загальному випадку залежність потенціалу будь-якого електрода від складу розчину та температури описується *рівнянням Нернста*:

$$E = E^0 + \frac{RT}{zF} \ln \frac{a_{Ox}}{a_{Red}} = E^0 + \frac{2,3RT}{zF} \lg \frac{a_{Ox}}{a_{Red}},$$

де  $E^0$  – стандартний потенціал реакції, що перебігає на електроді;  $a_{Ox}$  і  $a_{Red}$  – активність (концентрація) потенціалвизначальних іонів (атомів, молекул), які знаходяться в окисненій або відновленій формі відповідно;  $R$  – універсальна газова стала,  $R = 8,31$  Дж/(моль·К);  $T$  – абсолютна температура, К;  $F$  – число Фарадея,  $F \approx 96500$  Кл/моль;  $z$  – кількість електронів, що беруть участь в електродній реакції.

В загальному випадку залежність електродного потенціалу металу  $E$  від концентрації (активності)  $a$  його іонів в розчині за температури 298 К визначається рівнянням

$$E = E^0 + \frac{RT}{zF} \ln a = E^0 + \frac{0,059}{z} \lg a.$$

Стандартними (нормальними) потенціалами називають потенціали металів, що виникають на границі між ними та розчинами їх солей, в яких активність іонів металу складає 1 моль/л.

В першому наближенні активність іонів можна замінити концентрацією, а активність твердої чистої речовини в твердій фазі прийняти за одиницю, тобто вважати величиною сталою.

Якщо в окисно-відновній реакції на поверхні електрода приймають участь іони  $H^+$ , то потенціал електрода залежить в цьому випадку не лише

від відношення концентрації окисленої та відновленої форм, але і від активності іонів  $H^+$ , яка вводиться у відповідному ступені.

Абсолютні значення електродних потенціалів виміряти неможливо, тому завжди визначають відносні електродні потенціали в певних умовах – так звані стандартні електродні потенціали  $E^0$ , визначені за стандартних умов (температура 298,15 К, тиск 101325 Па, активність іонів 1 моль/дм<sup>3</sup>) відносно водневого електрода, стандартний потенціал якого умовно прийнятий за нуль. Стандартний водневий електрод являє собою пластину з платинованої платини, занурену у розчин сульфатної кислоти з активністю протонів 1 моль/дм<sup>3</sup>, і яка обдувається воднем, тобто парціальний тиск водню дорівнює 101325 Па.

**Приклад 1:** Розрахувати електродний потенціал цинку в розчині  $ZnCl_2$ , в якому концентрація іонів  $Zn^{2+}$  складає  $7 \cdot 10^{-2}$  моль/л.

Розв'язок:

$$E = E_{Zn^{2+}/Zn}^0 + \frac{2,3RT}{zF} \lg a_{Zn^{2+}} = -0,76 + \frac{0,059}{2} \lg(7 \cdot 10^{-2}) = -0,79V.$$

**Приклад 2:** Розрахувати потенціал системи  $Fe^{3+}/Fe^{2+}$  за наступних концентрацій:  $[Fe^{3+}] = 0,1$  моль/л;  $[Fe^{2+}] = 5 \cdot 10^{-3}$  моль/л.

Розв'язок: Відповідно рівняння Нернста

$$E = E_{Fe^{3+}/Fe^{2+}}^0 + \frac{2,3RT}{1F} \lg \frac{[Fe^{3+}]}{[Fe^{2+}]} = 0,771 + \frac{0,059}{1} \lg \frac{0,1}{5 \cdot 10^{-3}} = 0,847V.$$

### Задачі для самостійного розв'язку

1. Обчислити потенціали металів, що знаходяться в контакті з розчинами їх солей з заданою концентрацією (моль/л) катіонів: а)  $Fe/FeSO_4$ ,  $[Fe^{2+}] = 0,01$ ; б)  $Pb/Pb(NO_3)_2$ ,  $[Pb^{2+}] = 0,5$ ; в)  $Cr/Cr_2(SO_4)_3$ ,  $[Cr^{3+}] = 5 \cdot 10^{-3}$ ;

г)  $\text{Ag}/\text{AgNO}_3$ ,  $[\text{Ag}^+] = 6,3 \cdot 10^{-3}$ . *Відповідь:* а) -0,499 В; б) -0,135 В; в) -0,785 В; г) 0,67 В.

2. Потенціал манганового електрода, поміщеного в розчин його солі, склав -1,1 В. Обчислити концентрацію іонів  $\text{Mn}^{2+}$  (моль/л). *Відповідь:*  $2,04 \cdot 10^{-2}$  моль/л.

3. За якої концентрації іонів  $\text{Ag}^+$  (моль/л) потенціал срібного електрода складе 95 % від величини його стандартного електродного потенціалу? *Відповідь:* 0,21 моль/л.

4. За якої концентрації іонів  $\text{Pd}^{2+}$  (моль/л) потенціал паладієвого електрода буде на 0,01 В менше за його стандартний електродний потенціал? *Відповідь:* 0,458 моль/л.

5. Обчислити потенціал міді в розчині  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  з концентрацією іонів  $\text{Cu}^{2+}$ , що складає 0,12 моль/л. *Відповідь:* 0,313 В.

6. Обчислити в мілівольтах потенціал водневого електрода в розведених розчинах сильних кислот: а) 0,01 М  $\text{HClO}_4$ ; б) 0,005 М  $\text{HCl}$ ; в) 0,01 %-ої  $\text{HClO}_4$ . *Відповідь:* а) -118 мВ; б) -136 мВ; в) -177 мВ.

7. Обчислити в мілівольтах потенціал водневого електрода в наступних розчинах: а) 0,1 М і 1 %-му розчині  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $K = 1,8 \cdot 10^{-5}$ ; б) 0,001 М  $\text{KOH}$ ; в) 0,04 %-му  $\text{NaOH}$ . *Відповідь:* а) -169 мВ; -163 мВ; б) 649 мВ; в) -708 мВ.

8. Обчислити концентрацію іонів  $\text{H}^+$  у розчині, в якому потенціал водневого електрода дорівнює -236 мВ. *Відповідь:*  $1 \cdot 10^{-4}$  моль/л.

9. Як зміниться концентрація іонів Гідрогену зі зменшенням потенціалу водневого електрода від 0 мВ до мінус 100 мВ? *Відповідь:* зменшиться в 50 разів.

10. Обчислити рН розчинів, в яких потенціали водневого електрода складають, мВ: а) -201; б) -431; в) -183; г) -413. *Відповідь:* а) 3,4; б) 7,3; в) 3,1; г) 7,0.

11. За якої концентрації  $\text{Cu}^{2+}$  (моль/л) потенціал мідного електрода дорівнює стандартному потенціалу водневого електрода. *Відповідь:*  $3 \cdot 10^{-12}$  моль/л.

12. Обчислити потенціал срібного електрода, зануреного в насичений розчин  $\text{AgI}$ ;  $\text{ДР}(\text{AgI}) = 8,3 \cdot 10^{-17}$ . За якої концентрації  $\text{Ag}^+$  потенціал електрода буде рівний нулю? *Відповідь:* 0,326 В;  $2,8 \cdot 10^{-14}$  моль/л.

13. Обчислити потенціал срібного електрода, зануреного в насичений розчин  $\text{Ag}_2\text{S}$ ;  $\text{ДР}(\text{Ag}_2\text{S}) = 6,3 \cdot 10^{-50}$ . У скільки разів треба змінити концентрацію іонів  $\text{Ag}^+$ , щоб потенціал електрода став рівним нулю? *Відповідь:* -0,162 В; збільшити в 550 разів.

14. Обчислити потенціал системи  $\text{Sn}^{2+} \leftrightarrow \text{Sn}^{4+} + 2e^-$ , якщо відношення концентрацій окисленої і відновленої форм  $[\text{Sn}^{4+}]/[\text{Sn}^{2+}]$  становить: а) 1:20; б) 20:1. *Відповідь:* а) 0,113 В; б) 0,189 В.

15. За якого співвідношення концентрацій окисленої і відновленої форм потенціал системи  $\text{Sn}^{2+} = \text{Sn}^{4+} + 2e^-$  складе 0,169 В? *Відповідь:* 4,4:1.

16. За якого значення рН потенціал системи



складе 1,425 В, якщо  $[\text{MnO}_4^-]/[\text{Mn}^{2+}] = 1$ ? *Відповідь:* 1.

## РОЗДІЛ 14.

### ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ

#### **Лабораторна робота 1. Навчання з техніки безпеки в хімічній лабораторії**

*Мета роботи:* ознайомлення з правилами поведінки та роботи в лабораторії; ознайомлення з технікою безпеки під час роботи в лабораторії.

**Обладнання та реактиви:** зразки посуду різноманітного призначення; електронагрівальне та вимірювальне обладнання, наявне в лабораторії; рідинні ртутні термометри; хімічні реактиви.

#### **Методика виконання роботи**

Лабораторне заняття цілком присвячене ознайомленню зі структурою лабораторного приміщення, вивченню інструкцій з техніки безпеки та навчанню безпечних методів виконання основних операцій в лабораторній практиці [12].

З перших днів роботи в лабораторії студент повинен привчити себе до акуратності й уваги, відсутність яких нерідко буває причиною перекручування результатів експерименту, а також може привести до нещасних випадків. Основним місцем виконання лабораторних робіт є робочий стіл, на якому необхідно дотримувати чистоту й порядок. Під час проведення досліду на робочому місці не повинно бути нічого зайвого; всі предмети необхідно розставити в певному порядку так, щоб їх зручно було брати, не зачепивши за предмети, що розташовані поряд. В ході виконання лабораторних робіт *всі спостереження потрібно записувати в спеціальний зошит – лабораторний журнал – безпосередньо після кожного досліду.* Не

слід робити запису в чернетках і на окремих аркушах паперу, тому що вони можуть легко загубитися.

У роботі потрібно користуватися тільки незабрудненими реактивами, чистим посудом і пристроями, промитими дистильованою водою. Склянки з реактивами загального користування повинні перебувати на певному місці; їх не можна переносити на робочі столи. Необхідно працювати без зайвої квалливості, не проливати й не просипати реактиви. Якщо все-таки це трапилося, *не можна зсипати забруднений реактив назад у склянку із чистим реактивом*, а потрібно зібрати його й передати лаборантові. Стіл (або інший забруднений предмет) потрібно негайно ж вимити й витерти.

Необхідно проявляти дбайливе відношення до пристроїв і реактивів. Дорогі та отруйні реактиви після проведення з ними роботи не можна виливати в раковину. До таких реактивів відносяться розчини, що містять сполуки срібла, ртуті тощо. Їх потрібно зливати в спеціальні склянки. Кидати папір, бите скло та ін. можна тільки в спеціальні посудини і смітники. *Гарячі предмети можна ставити тільки на азбестовий картон!*

У лабораторії слід дотримуватися правил безпечної роботи. Не можна працювати з легкозаймистими речовинами поблизу запаленого пальника. *З отруйними та речовинами з сильним запахом необхідно працювати під витяжною шафою!* Виконуючи досліди, потрібно користуватися розчинами тільки зазначеної концентрації й дотримуватись рекомендованого дозування. Заборонено проводити додаткові досліди без дозволу викладача.

Якщо під час роботи будуть пролиті кислота або луг у великій кількості, потрібно повідомити про те, що трапилося, лаборантові. Видаляти кислоту й луг треба швидко, тому що ці реактиви псують стіл й інші предмети, і обережно, щоб не пропалити одяг і не пошкодити руки. Особливо обережно необхідно поводитись з концентрованими лугами й

кислотами. *Про всіх нещасні випадки необхідно негайно повідомляти викладача та допоміжний персонал!*

Після закінчення лабораторної роботи необхідно здати навчально-допоміжному персоналу залишки реактивів і обладнання та повністю прибрати своє робоче місце.

Порядок виконання лабораторної роботи та вимоги до змісту протоколів лабораторних робіт наведені і Додатку А, а правила оформлення протоколів лабораторних робіт – у Додатку Б.

### **Завдання для самоконтролю**

1. Наведіть основні правил поведінки в лабораторії.
2. Опишіть порядок дій для надання першої допомоги людині, що постраждала від електричного струму.
3. Опишіть порядок дій для надання першої допомоги людині, що постраждала від хімічних опіків.
4. Опишіть порядок дій для надання першої допомоги людині, що постраждала від термічних опіків.
5. Опишіть порядок дій для надання першої допомоги людині, що постраждала від потрапляння агресивних речовин в очі.
6. Опишіть безпечні правила роботи зі скляним посудом.
7. Опишіть безпечні правила роботи з електричним обладнанням.
8. Опишіть правила безпечної роботи з пристроями, які містять ртуть, та правила демеркуризації приміщень.

### **Лабораторна робота 2. Основи роботи з хімічним посудом**

*Мета роботи:* засвоєння правил роботи в хімічній лабораторії; ознайомлення з різними видами хімічного посуду; опанування навичок приготування сумішей для миття хімічного посуду, набуття вміння миття хімічного посуду.



**Обладнання та реактиви:** зразки посуду різноманітного призначення; волосяні йоржі; склянки на 0,5 дм<sup>3</sup> для зберігання розчинів; стакани на 250 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup>; скляні палички; шпателі; мірні циліндри 100 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>; технічні терези та набір різноваг; фільтрувальний папір; дистильована вода; розчини 8 М H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 6 М HCl, 30 % H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 5 % KMnO<sub>4</sub>; K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> або Na<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, NaHCO<sub>3</sub>.

### **Методика виконання роботи**

Кожна бригада студентів одержує набір хімічного посуду. Студенти повинні ознайомитись із запропонованими зразками посуду, після чого замалювати його в протоколах та надати детальний опис – матеріал, призначення, особливості конструкції та роботи з ним. Також зазначається стан поверхні та пропонується порядок очищення.

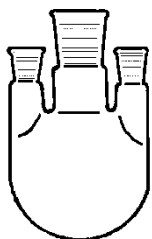
Після ознайомлення з посудом студенти мають приготувати згідно із завданням викладача одну із описаних вище хімічних сумішей для миття посуду, при цьому необхідно дотримуватись усіх вимог техніки безпеки. Суміш готується змішуванням компонентів у термостійкому хімічному стакані і потім переливається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

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

## Приклади завдань

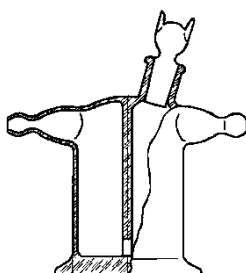
**Завдання 1.** Описати призначення запропонованих зразків хімічного посуду та стан його поверхні. Приготувати 250 см<sup>3</sup> хромової (перманганатної, Комаровського) суміші та виконати миття отриманого посуду.

### Приклад опису завдання



*Колба круглодонна з трьома горловинами, призначена для перегонки під вакуумом та проведення різних препаративних робіт, що вимагають підведення термометра, мішалки тощо.*

*Надана колба виготовлена з боросилікатного скла, термостійка. Зсередини колби наявні забруднення у вигляді нальоту бурого кольору. Запропонований порядок очищення: механічне за допомогою йоржика, миття теплим содовим розчином, миття хромовою сумішшю, ретельне промивання дистильованою водою.*



*Склянка Тищенко, призначена для очищення газів від домішок пропусканням через рідкий поглинач.*

*Виготовлена зі звичайного скла, обладнана трьома тубусами (два для пропускання газу і один для наливання поглинача) та скляною перегородкою, в нижню частину якої впаяний фільтр з пористого скла. Зсередини склянка має білуватий наліт, який добре змочується водою. Для очищення пропонується миття сумішшю Комаровського з наступним промиванням дистильованою водою.*

### Завдання для самоконтролю

9. Обґрунтуйте вибір матеріалів для виготовлення хімічного посуду.
10. Опишіть основні характеристики хімічного скла.
11. Поясніть необхідність поділу хімічного посуду на групи загального призначення, мірний та спеціальний.

12. Поясніть, яким чином, виходячи із конструктивних особливостей посуду, визначити його призначення.
13. Назвіть основні етапи очищення хімічного посуду.
14. Опишіть основні правила роботи з хімічним посудом.
15. Які існують суміші для миття хімічного посуду?
16. Опишіть роботу з сумішами для миття хімічного посуду та правила їх зберігання.
17. Опишіть способи контролю чистоти поверхні посуду.
18. Назвіть основні забруднювачі, які присутні у повітрі хімічної лабораторії.

### **Лабораторна робота 3. Визначення маси та робота з терезами**

*Мета роботи:* ознайомлення з принципом роботи аналітичних терезів; засвоєння правил роботи на аналітичних терезах; набуття навичок роботи на аналітичних терезах.

**Обладнання та реактиви:** шпателі керамічні та металеві; бюкси скляні; скляні баночки з пробками; терези аптекарські; терези учбові ВГУ-1; терези технічні Т-1000, ВА-4М; терези аналітичні ВЛА-200г-М, АДВ-200 М, ВСР-200-10g, ВЛР-200г та набір важків; порошки речовин NaCl, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NaHCO<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, MnO<sub>2</sub>, CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O, титан, ZrO<sub>2</sub>, фторопласт марки ФТ-4.

#### **Методика виконання роботи**

Студенти мають детально ознайомитись з конструкцією різних типів терезів та вивчити принцип дії, замалювати їх загальний вигляд та будову окремих елементів (вейтографа, демпфера, коромисла, аретира). Після ознайомлення з конструкцією терезів студенти одержують контрольні зразки, масу яких вони мають точно визначити. Для одержаних величин

необхідно розрахувати похибку зважування та навести пояснення причин, з яких виникла ця похибка.

### **Приклади завдань**

**Завдання 1.** Ознайомитись з конструкцією аптекарських, технічних та аналітичних механічних терезів. Замалювати їх загальний вигляд та позначити основні елементи. Для аналітичних терезів замалювати будову таких вузлів як демпфер, вейтограф, аретир та описати принцип їх дії.

**Завдання 2.** Зважити на аналітичних терезах наважку порошкоподібної речовини ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ , титан,  $\text{NaCl}$ ) заданої маси з точністю до 0,0001 г. Масу наважки уточнити на інших терезах з точністю до 0,00005 г. Одержану наважку пересипати у підготовлену ємність та здати на перевірку.

**Завдання 3.** За допомогою двопризменних одночашкових терезів (граничне навантаження 1 г) визначити масу дрібних деталей.

### **Завдання для самоконтролю**

1. Дайте визначення поняттям «вага» та «маса».
2. Опишіть основні типи пристроїв для визначення маси тіла, назвіть їх переваги та недоліки.
3. Наведіть класифікацію терезів з механічним типом створення врівноважуючої сили.
4. Опишіть конструкцію технохімічних терезів.
5. Опишіть конструкцію аналітичних терезів.
6. Поясніть правила роботи на аналітичних терезах та вимоги до місця їх встановлення.
7. Назвіть основні параметри лабораторних терезів.
8. Назвіть причини виникнення похибок зважування на терезах та способи їх усунення.
9. Опишіть методику гідростатичного зважування на аналітичних терезах.





## Лабораторна робота 4. Вимірювання в лабораторній практиці

*Мета роботи:* набуття навичок проведення вимірювання різних величин (геометричних, електричних, теплових) в лабораторії.

**Обладнання та реактиви:** лід; дистильована вода; тверді речовини  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{NaCl}$ ; чаші-кристалізатори; стакани на  $250 \text{ см}^3$ ,  $500 \text{ см}^3$ ; скляні палички; шпателі; мірні циліндри  $100 \text{ см}^3$ ,  $250 \text{ см}^3$ ; технічні терези та набір важків; фільтрувальний папір; молоток для подрібнення льоду; штангенциркулі ШЦ; інструментальні лінійки; термостат; контактний термометр  $(0-100)^\circ\text{C}$ ; лабораторний термометр типу ТЛ-2  $(0-100)^\circ\text{C}$ ; лабораторний термометр  $(-35+50)^\circ\text{C}$ ; джерело сталого струму В-24; з'єднувальні дроти; активні резистори; цифровий мультиметр типу DT830B; амперметр типу М104; ампервольтметр типу М2038, М253, М2015.

### Методика виконання роботи

#### *Вимірювання лінійних розмірів*

Для виконання завдання студенти одержують різноманітні складнопрофільні деталі, креслення яких вони мають зробити, та вимірювальний інструмент – інструментальні лінійки та штангенциркулі. Креслення деталі необхідно виконувати згідно усіх вимог ЄСКД (зразок – див. рис. 14.1). Дозволяється виконувати креслення на звичайному папері в тексті протоколу. Деталь необхідно замальовувати таким чином, щоб основна вісь симетрії була розташована горизонтально. За необхідності необхідно наводити два загальних види або надавати місцеві види чи розрізи. Заштриховування деталі має відповідати матеріалу, з якого виконано деталь: метал – , неметалеві матеріали – , кераміка – , скло та світлопрозорі матеріали – . Лінії штриховки мають бути проведені під кутом  $45^\circ$  до осі деталі. Різьбу на деталі позначають

наступним чином: зовнішню – суцільними основними лініями по зовнішньому діаметру різьби та суцільними тонкими лініями по внутрішньому діаметра; внутрішню – суцільними основними лініями по внутрішньому діаметру різьби та суцільними тонкими лініями по внутрішньому діаметру. На креслення має бути нанесена мінімальна кількість розмірів, але достатня для виготовлення та контролю деталі.

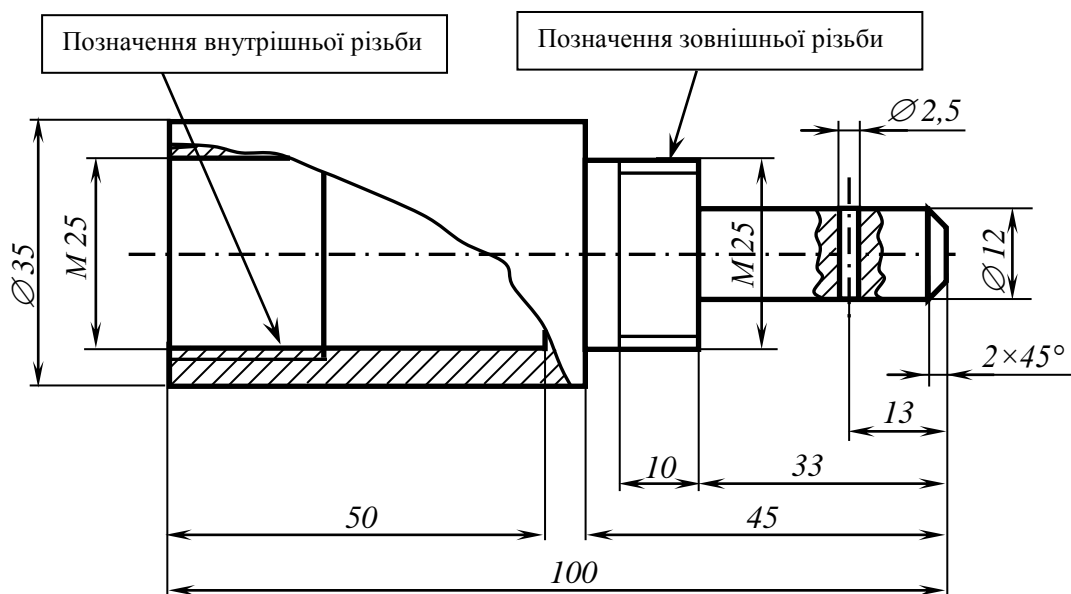


Рис. 14.1. Креслення деталі (зразок). Масштаб 1:1.

### ***Вимірювання температури***

Студенти повинні ознайомитись з типами термометрів для вимірювання температури в лабораторії, з методикою вимірювання температури за допомогою найбільш поширеного типу термометрів – рідинних термометрів розширення, вивчити роботу контактного термометра як складової термостата та навчитись визначати похибку термометра в залежності від різних факторів [14], [25].

Робота виконується з використанням або термостата, або охолоджуючої бані, заповненої спеціальною сумішшю. Для вимірювання підвищених температур студенти повинні взяти термостат та набір

термометрів для роботи з ним. Ємність термостата заповнюється дистильованою водою, у відповідні тримачі встановлюються лабораторний термометр та контактний термометр, останній приєднується до термостата. За допомогою контактного термометра встановлюється задана викладачем температура, термостат вмикають та очікують досягнення необхідної температури, після чого перевіряють точність встановлення температури в різних точках термостата, використовуючи зразковий термометр. Для кожного з використовуваних термометрів визначається поправка на виступаючий стовпчик рідини.

Вимірювання температур нижче 0 °С проводять у охолоджуючих банях, які являють собою великі скляні чаші (кристалізатори), обгорнуті теплоізолюючим матеріалом, і заповнені будь-якою охолоджуючою сумішшю на зразок наведених в таблиці 14.1 [5].

Суміш одержують, подрібнюючи лід на шматки розміром не більше 2 см, вміщують його у чашу та додають необхідну кількість солі за ретельного перемішування. Після цього проводять вимірювання температури за допомогою обраного термометра, для якого також визначають поправку на виступаючий стовпчик рідини.

Таблиця 14.1. Охолоджуючі суміші з солі та льоду [5]

Речовина	Початкова температура води або льоду, °С	Маса речовини, г/100 г Н <sub>2</sub> О	Температура охолоджуючої суміші, °С
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	-1 (лід)	20	-2,0
NH <sub>4</sub> Cl	13,3	30	-5,1
CaCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	-1 (лід)	41	-9,0
KCl	0 (лід)	30	-10,9
NH <sub>4</sub> Cl	-1 (лід)	25	-15,4
NaCl	-1 (лід)	33	-21,3
CaCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	0 (лід)	81	-21,5
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (66,2 %)	0 (лід)	23	-25
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (66,2 %)	0 (лід)	40	-30
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (66,2 %)	0 (лід)	91	-37
CaCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	0 (лід)	123	-40,3
CaCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	0 (лід)	143	-55

Одержані результати подають у вигляді таблиці (табл. 14.2), куди обов'язково вносять точні відомості про використаний термометр.

Таблиця 14.2. Результати вимірювання температури (приклад)

Об'єкт вимірювання температури	Тип використаного термометру	Очікувана температура, °С	Дійсне значення температури, °С	Виправлення, °С
Суміш 100 г льоду та 33 г NaCl	Термометр трубчастий ТЛ-2, вик. 2, ГОСТ 19875-78	-21,3	-19,6	-0,061*

$$*\Delta t = \alpha \cdot l \cdot (t_1 - t_2) = 0,000158 \cdot 10,2 \cdot (-19,6 - 18) = -0,061 \text{ } ^\circ\text{C}$$

У висновках необхідно вказати, з чим може бути пов'язано відхилення фактично одержаної температури приготовленої суміші від очікуваного значення температури.

### *Робота з електровимірювальними приладами*

Виконання роботи починається із збирання електричного кола, яке складається з джерела струму, амперметрів, вольтметрів і послідовно, паралельно або послідовно-паралельно з'єднаних між собою опорів (рис. 14.2).

Під час складання схеми необхідно пам'ятати, що амперметр включається в схему лише послідовно, а вольтметр – паралельно до ділянки, на якій проводять вимірювання. Після перевірки викладачем правильності складання схеми вмикають джерело струму, встановлюють на ньому силу струму не вище 1 А і проводять вимірювання сили струму та падіння напруги на всіх ділянках а–f (а–g), а–b, b–c, c–d, d–e (b–e, b–d, b–c), e–f, f–g, а також розраховують за законом Ома опір кожної ділянки. **УСІ РОЗРАХУНКИ НАВОДЯТЬ В ПРОТОКОЛІ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ!** Для паралельно з'єднаних резисторів порівнюють практично визначені та теоретично розраховані величини опору. Необхідно пам'ятати, що для послідовного з'єднання кількох опорів сила струму на



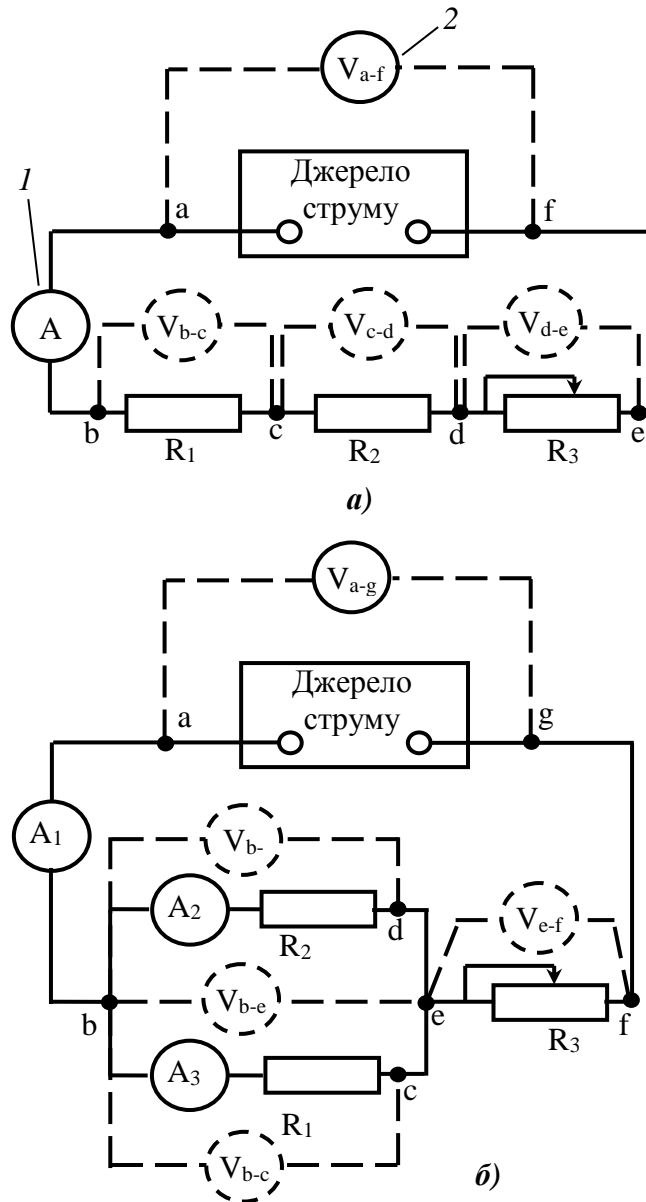


Рис. 14.2. Схема електричного кола із послідовним а) або послідовно-паралельним б) з'єднанням опорів: 1 – амперметр; 2 – вольтметр; R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> – активні опори (резистори); R<sub>3</sub> – реостат; а...g – вузли.

будь-якій ділянці кола є сталою ( $I_{\Sigma} = I_i$ ), напруга на колі є сумою падінь напруги на усіх ділянках кола ( $U_{\Sigma} = \Sigma U_i$ ), а загальний опір кола дорівнює сумі опорів окремих ділянок ( $R_{\Sigma} = \Sigma R_i$ ). Для паралельного з'єднання провідників сила струму у колі є сумою сил струмів, які проходять через окремі провідники ( $I_{\Sigma} = \Sigma I_i$ ), напруга на паралельно з'єднаних провідниках

дорівнює напрузі на окремому провіднику ( $U_{\Sigma} = U_i$ ), а сумарний опір паралельно з'єднаних провідників може бути розрахований за формулою

$$\frac{1}{R_{\Sigma}} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} + \frac{1}{R_3} + \dots$$

В протокол окрім схеми електричного кола та одержаних результатів, що подають у вигляді таблиці (табл. 14.3), заносять також детальний опис усіх електровимірювальних приладів, які були використані в роботі (тип приладу, його позначення, клас точності, особливості роботи з ним відповідно до позначок на шкалі). Для виміряних величин розраховують похибку вимірювання. Похибку вимірювання в будь-якому місці шкали електровимірювального приладу можна визначити за формулою

$$\Delta B = k \frac{N_{изм}}{N_{шк}}$$

де  $\Delta B$  — шукана похибка, %;  $k$  — клас точності приладу;  $N_{шк}$  — максимальне значення шкали приладу;  $N_{зм}$  — значення вимірюваної величини по шкалі приладу.

Таблиця 14.3. Результати вимірювання електричних величин

Ділянка	Сила струму, А	Похибка вимірювання, А	Падіння напруги, В	Похибка вимірювання, В	Опір ділянки, Ом
а–f					
а–b					
...					

Примітка: в роботі використані

- Амперметр типу ... ГОСТ ..., магнітоелектричний, діапазон вимірювання від 0 мА до 150 мА, клас точності 0,2, міцність ізоляції між корпусом та вимірювальною системою 2 кВ, горизонтального розташування.
- Вольтметр типу ... ГОСТ ..., магнітоелектричний, діапазон вимірювання від 0 В до 2,5 В, клас точності 0,2, міцність ізоляції між корпусом та вимірювальною системою 2 кВ, горизонтального розташування.

**Приклад розрахунку похибки вимірювання.** Треба визначити, з якою точністю буде виміряна напруга 24 В вольтметром класу 1,5 з межею шкали 50 В.

Користуючись наведеною формулою, одержимо

$$\Delta V = 1,5 \frac{24}{50} = 1,2\%, \text{ або } \Delta U = 1,2 \frac{24}{100} = 0,288 \text{ В.}$$

**Приклад розрахунку опору в колі з послідовно-паралельним з'єднанням.** Силу струму вимірювали за допомогою амперметра класу точності 0,2 з границею вимірювання до 150 мА, а напругу – за допомогою вольтметра класу точності 0,5 з границями вимірювання 1,5 В ( $U_{e-f}$ ), 4,5 В ( $U_{b-d}$ ,  $U_{b-e}$ ) і 15 В ( $U_{b-c}$ ,  $U_{a-g}$ ). Згідно із результатами вимірювань в колі відповідно до рис. 14.2б проводимо розрахунки та заповнюємо таблицю:

Ділянка	Сила струму, А	Похибка вимірювання, А	Падіння напруги, В	Похибка вимірювання, В	Опір ділянки, Ом
a–g (b–f)	0,1 ( $I_1$ )	0,00013	5,5	0,01	55,0
b–d	0,07 ( $I_2$ )	0,00006	3,2	0,01	45,7
b–c	0,03 ( $I_3$ )	0,00001	12,7	0,05	423,3
b–e	0,1 ( $I_1$ )	0,00013	4,2	0,02	42,0
e–f	0,1 ( $I_1$ )	0,00013	1,2	0,005	12,0

$$\Delta I_{a-g} = 0,2 \frac{0,1}{0,15} = 0,13\%, \quad \Delta I_{a-g} = 0,13 \frac{0,1}{100} = 0,00013 \text{ А.}$$

$$\Delta I_{b-d} = 0,2 \frac{0,07}{0,15} = 0,09\%, \quad \Delta I_{b-d} = 0,09 \frac{0,07}{100} = 0,00006 \text{ А.}$$

$$\Delta I_{b-c} = 0,2 \frac{0,03}{0,15} = 0,04\%, \quad \Delta I_{b-c} = 0,04 \frac{0,03}{100} = 0,00001 \text{ А.}$$

$$\Delta U_{a-g} = 0,5 \frac{5,5}{15} = 0,18\%, \quad \Delta U_{a-g} = 0,18 \frac{5,5}{100} = 0,01 \text{ В.}$$

$$\Delta U_{b-d} = 0,5 \frac{3,2}{4,5} = 0,36\%, \quad \Delta U_{b-d} = 0,36 \frac{3,2}{100} = 0,01 \text{ В.}$$

$$\Delta U_{b-c} = 0,5 \frac{12,7}{15} = 0,42\%, \quad \Delta U_{b-c} = 0,42 \frac{12,7}{100} = 0,05 \text{ В.}$$

$$\Delta U_{b-e} = 0,5 \frac{4,2}{4,5} = 0,47\%, \quad \Delta U_{b-e} = 0,47 \frac{4,2}{100} = 0,02 \text{ В.}$$

$$\Delta U_{e-f} = 0,5 \frac{1,2}{1,5} = 0,4\%, \quad \Delta U_{e-f} = 0,4 \frac{1,2}{100} = 0,005 \text{ В.}$$

*Порівнюємо практично одержане значення опору  $R_{b-e} = 42 \text{ Ом}$  з теоретично розрахованим*

$$R_{b-e}^T = \frac{R_{b-d} \cdot R_{b-c}}{R_{b-d} + R_{b-c}} = \frac{45,7 \cdot 423,3}{45,7 + 423,3} = 41,2 \text{ Ом.}$$

У висновку необхідно проаналізувати причини виникнення відхилення теоретично розрахованих опорів від практично одержаних.

### **Приклади завдань**

**Завдання 1.** *Вимірювання лінійних розмірів.* Використовуючи лінійку, штангенциркуль та транспортир, визначити розміри та виконати креслення деталі.

**Завдання 2.** *Вимірювання температури.* Використовуючи певну кількість льоду, приготувати охолоджуючу суміш із заданою температурою. Визначити температуру одержаної суміші та виправлення на покази термометра.

**Завдання 3.** *Вимірювання температури.* Встановити на контактному термометрі термостату задану температуру і після її досягнення визначити температуру в різних частинах термостатованої ємності. Визначити температурне виправлення для контактної та звичайної термометрів.

**Завдання 4.** *Робота з електровимірювальними приладами.* Визначити опір кількох резисторів для їх паралельного та послідовного з'єднання шляхом вимірювання падіння напруги на окремих ділянках під

час пропускання через все коло струму заданої величини. Для паралельного з'єднання порівняти виміряні величини з розрахунковими.

### **Завдання для самоконтролю**

1. Наведіть загальну класифікацію методів вимірювання.
2. Наведіть класифікацію похибок вимірювання.
3. Поясніть класифікацію методів вимірювання по принципу реалізації вимірювань.
4. Опишіть основні позначки на шкалі електровимірювальних приладів.
5. Опишіть основні позначки на корпусі електровимірювальних приладів.
6. Поясніть, що таке клас точності та як розраховуються похибка вимірювання електровимірювальним приладом.
7. Опишіть порядок роботи з амперметром та вольтметром.
8. Опишіть порядок дій для визначення опору ділянки електричного кола з послідовним та паралельним з'єднанням.
9. Дайте визначення поняттям «температура» та «градус».
10. Обґрунтуйте наявність верхньої та нижньої меж температури.
11. Назвіть основні температурні шкали та їх взаємний зв'язок.
12. Опишіть основні способи вимірювання температури.
13. Опишіть групи пристосувань для визначення температури.
14. Опишіть принцип дії і конструкцію рідинного термометра розширення та правила роботи з ним.
15. Опишіть порядок визначення поправок на покази рідинного термометра.

### **Лабораторна робота 5. Визначення дійсної місткості мірного посуду**

*Мета роботи:* ознайомлення з різними видами мірного посуду; набуття навичок перевірки мірного посуду.

**Обладнання та реактиви:** дистильована вода; бюкси скляні; терези аналітичні ВЛА-200г-М, АДВ-200 М, ВСР-200-10g, ВЛР-200г та набір різноваг; стакани на 250 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup>; мірні циліндри; піпетки Мора та градуйовані; мензурки; бюретки; мікробюретки; пікнометри.

### **Методика виконання роботи**

Студенти мають ознайомитись із запропонованими зразками мірного посуду, ретельно вимити його і висушити, після чого повинні провести перевірку мірного посуду та розрахувати поправку на об'єм для мірного посуду. В протокол вносяться зображення мірного посуду, його характеристики (об'єм, тип виконання), призначення та усі розрахунки. У висновках необхідно на основі порівняння практично отриманих значень відхилення дійсного об'єму від номінального вказати, чи може даний вид посуду використовуватись як мірний в лабораторії.

#### *Перевірка мірного посуду*

Мірні колби, пікнометри, піпетки і бюретки перед роботою необхідно перевіряти. Масове виробництво мірного посуду без паспортизації кожної її одиниці призводить до того, що зазначена на мірному посуді місткість часто не відповідає дійсній.

Перед перевіркою мірний посуд ретельно миють і висушують. Висушений мірний посуд, використовуваний на "виливання" (піпетки і бюретки), перед перевіркою змочують чистою водою: наливають її в посуд, який перевіряють, і дають постояти 2 хв., після чого виливають, як і за звичайного використання.

Перевірка мірного посуду полягає у визначенні маси чистої води, що не містить домішок і розчиненого повітря, наливої в посуд до мітки (мірні колби і пікнометри) або вилитої з неї (піпетки і бюретки) за даної температури і атмосферному тиску. Для перевірки мікропіпеток і мікробюреток замість води застосовують ртуть. По знайденій масі води

або ртуті визначають дійсну місткість мірного посуду, використовуючи таблиці густини води або ртуті для визначених температури та тиску. Якщо тиск в лабораторії нижчий за нормальний, то на кожний міліметр різниці додають виправлення, вказане в таблиці 14.4. Якщо тиск вищий за нормальний, виправлення відповідно віднімають. Різниця між табличною та фактичною масою води відповідає поправці на об'єм для вимірюваного посуду. Перед перевіркою мірний посуд ретельно очищують та висушують, а міри, що калібровані на відливання, безпосередньо перед перевіркою змочують дистильованою водою.

Під час перевірки піпеток з однією міткою воду з них спускають у бюкс із кришкою і зважують. Не виливаючи воду з бюкса, спускають у нього знову повну піпетку і зважують. Так роблять і втретє. Із трьох значень маси води беруть середнє. Користуючись даними табл. 14.4, вносять виправлення на барометричний тиск та розраховують дійсну місткість перевірюваної піпетки.

*Таблиця 14.4. Маса 1 л води за різних температур [24]*

<b>Температура води і повітря, °С</b>	<b>Маса 1 л води, г</b>	<b>Виправлення на атмосферний тиск</b>
15	997,925	0,00142
16	997,798	0,00141
17	997,659	0,00141
18	997,510	0,00140
19	997,349	0,00140
20	997,177	0,00139
21	996,995	0,00139
22	996,802	0,00138

Перевірку градуйованих піпеток проводять так само, як і бюреток, для чого на нижній кінець піпетки надягають гумову трубку зі скляним наконечником і затиском. Під час перевірки бюреток вимірюють масу всього її об'єму, а потім – масу води через кожні 10 мл. Для точного калібрування перевіряють масу кожного мілілітра.

Мірні колби, калібровані на відливання, встановлюють на рівну горизонтальну поверхню та наповнюють водою точно до мітки. Потім з колби виливають воду в завчасно зважений стакан чи конічну колбу. Дають стекти краплям води протягом 10–20 с та зважують посудину з водою. Після віднімання маси тари одержують значення маси води, вилитої з колби. Це визначення повторюють три рази та розраховують середню масу вилитої води. Для перевірки мірних колб на наливання їх ретельно очищують, висушують та зважують. Потім колбу наповнюють дистильованою водою до мітки та зважують знову. Користуючись даними табл. 14.4, по масі води знаходять місткість перевірюваної колби.

ГОСТ 1770–74 встановлює границі припустимої похибки  $\Delta V$  перевірюваних мірних посудин в залежності від їх класу точності і місткості [33].

Таблиця 14.5. Границі припустимої похибки  $\Delta V$  для мірного посуду 2 класу

Місткість $V$ , мл	$\Delta V$ , мл, піпеток		$\Delta V$ , мл, бюреток	$\Delta V$ , мл, мірних колб
	з однією міткою	градуйованих		
2000	–	–	–	1,00
1000	–	–	–	0,60
500	–	–	–	0,30
250	–	–	–	0,20
200	0,20	–	0,50	0,20
100	0,16	0,2	0,20	0,20
50	0,10	0,16	0,10	0,10
25	0,08	0,10	0,10	0,06
20	0,06	0,10	–	–
15	0,04	0,10	–	–
10	0,04	0,10	0,05	0,04
5	0,02	0,05	0,02	0,02
2	0,01	0,01	0,01	–
1	0,01	0,01	0,01	–

*Приклад розрахунку:* Середнє значення маси води в об'ємі перевірюваного мірного посуду з позначеною місткістю  $V_{ном} = 25$  мл за температури  $19\text{ }^{\circ}\text{C}$  і тиску  $750$  мм рт. ст. відповідає  $24,980$  г. З таблиці



14.4 знаходимо, що за 19 °С маса 1 л води дорівнює 997,349 г, тобто маса 1 мл води дорівнює 0,997349 г. Поділивши 24,98 на 0,997349, знаходимо, що місткість мірного посуду дорівнює 25,046 мл. Поправка на тиск складає  $0,0014 \cdot (760 - 750) = 0,014$  мл. Додаючи її до обрахованого об'єму, отримаємо  $V_{\text{дійсн}} = 25,06$  мл. Звідси величина виправлення на об'єм  $\Delta V = V_{\text{дійсн}} - V_{\text{ном}} = 25,06 - 25,00 = +0,06$  мл.

### **Приклади завдань**

**Завдання 1.** Ознайомитись з видами мірного посуду, замалювати його та надати опис.

**Завдання 2.** Визначити виправлення на об'єм мірного циліндра (мензурки), піпетки Мора, бюретки (мікробюретки, пікнометра) та градуйованої піпетки.

### **Завдання для самоконтролю**

1. Назвіть одиниці вимірювання об'єму та їх взаємний перерахунок.
2. Опишіть типи посуду для визначення об'єму рідини.
3. Наведіть методику перевірки об'єму мірного посуду.
4. Які існують класи точності мірного посуду і що вони показують?
5. Опишіть методику відбору проб та визначення об'єму за допомогою різних видів мірного посуду.
6. Опишіть методику перевірки об'ємі мікропіпеток та мікробюреток.

## **Лабораторна робота 6. Приготування розчинів різної концентрації**

*Мета роботи:* оволодіти навичками приготування розчинів різної концентрації; навчитися перераховувати різні способи вираження концентрації один в інший.

**Обладнання та реактиви:** дистильована вода; бюкси скляні; терези аналітичні ВЛА-200г-М, АДВ-200 М, ВСП-200-10g, ВЛР-200г та набір різноваг; стакани на 250 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup>; мірні циліндри 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>;

піпетки Мора та градуйовані; мірні колби 100 см<sup>3</sup>, 200 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup>; тверді речовини NH<sub>4</sub>Cl, CaCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, KCl, NH<sub>4</sub>Cl, NaCl, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·10H<sub>2</sub>O, CuSO<sub>4</sub>, NaHCO<sub>3</sub>, Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>; стакани на 250 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup>; скляні палички; шпателі; розчини 8 М H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 6 М HCl, 10 % NaOH, 6 н H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### Методика виконання роботи

Якщо необхідно приготувати будь-який розчин (кінцевий) розведенням вже існуючого (початкового) розчину більшої концентрації, то спочатку необхідно перерахувати задані концентрації в усі інші широко вживані способи вираження (з наведенням усіх розрахунків) та представити отримані величини у вигляді таблиці 14.6.

Таблиця 14.6. Вихідні дані

Спосіб вираження концентрації	Розчин	
	початковий	кінцевий
молярна, моль/дм <sup>3</sup>		
нормальна, г-екв/дм <sup>3</sup>		
моляльна, моль/кг		
ваговий відсоток, %		

Для перерахунку можна скористатись таблицею перерахунку концентрацій [24, с. 494–495]. Дані обчислення проводяться з точки зору зручності використання в розрахунках саме молярної концентрації, оскільки з розведенням кількість речовини залишається сталою, змінюється тільки об'єм розчину за рахунок додавання розчинника, що може бути відображено у рівнянні

$$n_1 = n_2, \quad \text{або} \quad C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2,$$

де  $n$  – кількість розчиненої речовини;  $C$  – молярна концентрація;  $V$  – об'єм розчину; індекси 1 і 2 відносяться до розчинів з початковою та кінцевою концентрацією відповідно.

Величини густини початкового та кінцевого розчину можна одержати з довідкової літератури. Значення густини треба брати з якомога

більшою точністю, для чого необхідно використовувати методи інтерполяції з табличних величин. Наприклад, інтерполяційний багаточлен Лагранжа для визначення величини  $y$  за значення величини  $x$ , якщо відомі сусідні значення  $x_1 < x < x_2$  та  $y_1 < y < y_2$ , виглядає як

$$y = y_1 \cdot \frac{(x - x_2)}{(x_1 - x_2)} + y_2 \cdot \frac{(x - x_1)}{(x_2 - x_1)}.$$

Також для визначення величини  $y$  за значення величини  $x$  можна скористатись теоремою подібності, з якої

$$y = y_1 + (y_2 - y_1) \cdot \frac{(x - x_1)}{(x_2 - x_1)}.$$

**Приклад 1.** Визначити, яку кількість розчину  $H_2SO_4$  з концентрацією 3 моль/кг необхідно взяти для приготування 200 см<sup>3</sup> розчину з концентрацією 10 %.

Спочатку знайдемо з літературних даних величини густини розчинів. Для початкового розчину концентрація дана в одиницях молярності, тому переведемо спочатку у ваговий відсоток

$$P_1 = \frac{100 \cdot m_1 \cdot M_{H_2SO_4}}{m_1 \cdot M_{H_2SO_4} + 1000} = \frac{100 \cdot 3 \cdot 98}{3 \cdot 98 + 1000} = 22,72\%.$$

Випишемо з таблиці залежності густини від концентрації необхідні величини:

$\rho, \text{г/см}^3$	$P, \%$
1,135	19,42
1,170	23,95

Тоді

$$\rho_1 = 1,135 + (1,170 - 1,135) \cdot \frac{(22,72 - 19,42)}{(23,95 - 19,42)} = 1,1605 \text{ г/см}^3.$$

Для кінцевого розчину:

$\rho, \text{г/см}^3$	$P, \%$
1,065	9,843
1,070	10,56

Тоді

$$\rho_2 = 1,065 + (1,070 - 1,065) \cdot \frac{(10,0 - 9,843)}{(10,56 - 9,843)} = 1,0661 \text{ г/см}^3.$$

Тепер переведемо концентрацію початкового та кінцевого розчинів у значення молярності:

$$C_M^1 = \frac{1000 \cdot \rho_1 \cdot m_1}{m_1 \cdot M_{\text{H}_2\text{SO}_4} + 1000} = \frac{1000 \cdot 1,1605 \cdot 3}{3 \cdot 98 + 1000} = 2,69 \text{ моль/дм}^3.$$

$$C_M^2 = \frac{10 \cdot \rho_2 \cdot P_2}{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}} = \frac{10 \cdot 1,0661 \cdot 10}{98} = 1,09 \text{ моль/дм}^3.$$

Оскільки відомо, що  $V_2 = 200 \text{ см}^3$ , то для приготування необхідно взяти такий об'єм розчину з концентрацією 3 моль/кг:

$$V_1 = \frac{C_M^2 \cdot V_2}{C_M^1} = \frac{1,09 \cdot 200}{2,69} = 81,0 \text{ см}^3.$$

Після проведення даних розрахунків визначають кількість (об'єм) початкового розчину, необхідну для приготування розчину заданої концентрації, та готують розчин, дотримуючись правил техніки безпеки. Одержаний розчин переливають у поліпропіленові ємності, на які наклеюють етикетки з відомостями про склад розчину, його концентрацію та прізвища тих, хто готував розчин.

В тому випадку, якщо необхідно приготувати розчин речовини, яка наявна у вигляді твердої солі, то перед початком роботи проводять перерахунок заданої концентрації в інші способи вираження концентрації та заносять розраховані величини до таблиці 14.7. Після цього визначають масу кристалічної солі, необхідної для приготування розчину. Необхідно звернути особливу увагу на урахування кількості кристалізаційної води в тому випадку, коли сіль наявна в лабораторії у вигляді кристалогідрату.

Таблиця 14.7. Вихідні дані

Спосіб вираження концентрації	Значення величини
молярна, моль/дм <sup>3</sup>	
нормальна, г-екв/дм <sup>3</sup>	
моляльна, моль/кг	
ваговий відсоток, %	

**Приклад 2.** Визначити масу солі  $K_2Cr_2O_7$ , необхідну для приготування  $100\text{ см}^3$  з концентрацією  $0,3\text{ моль/дм}^3$ , та розрахувати концентрацію розчину в одиницях моляльності, нормальності та вагового відсотка.

Знайдемо кількість речовини  $K_2Cr_2O_7$ , що буде міститися у розчині об'ємом  $100\text{ см}^3 = 0,1\text{ дм}^3$ :

$$n(K_2Cr_2O_7) = C_M \cdot V = 0,3 \cdot 0,1 = 0,03\text{ моль.}$$

Необхідна маса солі

$$m(K_2Cr_2O_7) = n(K_2Cr_2O_7) \cdot M(K_2Cr_2O_7) = 0,03 \cdot 294 = 8,82\text{ г.}$$

В таблиці залежності густини від концентрації для розчину  $K_2Cr_2O_7$  наводяться дані лише для вагового відсотка, тому перерахуємо концентрацію в молярність для усього діапазону значень:

$P, \%$	$\rho, \text{г/см}^3$	$C_M, \text{моль/дм}^3$
1	1,0052	0,034
4	1,0264	0,140
8	1,0554	0,287
9	1,0628	0,325
10	1,0703	0,364

Визначаємо густину розчину з концентрацією  $0,3\text{ моль/дм}^3$ :

$$\rho = 1,0554 + (1,0628 - 1,0554) \cdot \frac{(0,3 - 0,287)}{(0,325 - 0,287)} = 1,0579\text{ г/см}^3.$$

Далі проводимо перерахунок в інші способи вираження концентрації:

$$\text{Нормальність} - C_n = C_M \cdot n = 0,3 \cdot 2 = 0,6\text{ г-екв/дм}^3;$$

$$\text{Молярність} - m = \frac{C_M}{\rho - C_M \cdot \frac{M_{K_2C_2O_7}}{1000}} = \frac{0,3}{1,0579 - \frac{294}{1000}} = 0,39 \text{ моль/кг } H_2O;$$

$$\text{Ваговий відсоток} - P = \frac{C_M \cdot M_{K_2C_2O_7}}{10 \cdot \rho} = \frac{0,3 \cdot 294}{10 \cdot 1,0579} = 8,34 \text{ \%}.$$

Після цього готують розчин, як було вказано вище. Одержаний розчин переливають у поліпропіленові ємності, на які наклеюють етикетки з відомостями про склад розчину, його концентрацію та прізвища тих, хто готував розчин.

### Приклади завдань

**Завдання 1.** Приготувати певний об'єм розчину кислоти (лугу, солі) заданої концентрації розведенням існуючого розчину.

**Завдання 2.** Приготувати певний об'єм розчину солі заданої концентрації з наважки твердої речовини.

### Завдання для самоконтролю

1. Дайте визначення поняттю «розчин».
2. Яку складову розчину називають розчинником, а яку – розчиненою речовиною?
3. Які розчини називають насиченими, ненасиченими та пересиченими? Назвіть головну ознаку насиченого розчину.
4. Яка різниця між насиченим та концентрованим розчином?
5. Опишіть методику приготування розчину з наважки твердої солі.
6. Опишіть методику приготування розчину розведенням більш концентрованого розчину.
7. Дайте визначення поняттю «розчинність».
8. Наведіть основні способи вираження концентрації розчину.
9. Опишіть елементарну лабораторну техніку визначення розчинності речовини.

10. На прикладі молярності та нормальності покажіть можливість взаємного перерахунку різних способів вираження концентрації розчину.

### **Лабораторна робота 7. Визначення густини та концентрації розчинів**

*Мета роботи:* оволодіти навичками виконання операцій визначення густини рідин ареометричним, пікнометричним та гідростатичним методами; навчитись уточнювати концентрацію розчину фізичними та хімічними методами.

**Обладнання та реактиви:** дистильована вода; бюкси скляні; терези аналітичні ВЛА-200г-М, АДВ-200 М, ВСП-200-10g, ВЛР-200г та набір різноваг; неградуйовані циліндри 250 см<sup>3</sup>; піпетки Мора та градуйовані; набір ареометрів; бюретки; стандартні розчини 0,1 н НСІ, 0,1 н NaOH; індикатори метилоранж, фенолфталеїн; конічні колби 250 см<sup>3</sup>; пікнометри 10 см<sup>3</sup>, 15 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>; розчини речовин, приготовлених в лабораторній роботі 5.

#### **Методика виконання роботи**

В роботі для аналізу використовують розчини, приготовлені на попередньому лабораторному занятті.

Уточнити концентрацію отриманих розчинів можна або методом кислотно-основного титрування, або використовуючи довідкові дані про залежність густини розчину від концентрації. В свою чергу, густину розчину визначають ареометричним, пікнометричним або гідростатичним методами згідно із методиками, викладеними вище. Результати визначення густини наводять у вигляді таблиці 14.8.

#### *Уточнення концентрації розчину методом титрування*

Визначити точну концентрацію лугу чи кислоти можна використовуючи метод кислотно-основного титрування (іноді називають методом нейтралізації) [19]. Як робочі титровані розчини застосовують

Таблиця 14.8. Результати визначення густини розчину

Походження величини	Значення $\rho$ , г/см <sup>3</sup>	
	Розчин 1	Розчин 2
Таблична (очікувана) для аналізованого розчину		
Ареометричний метод $\rho_{\text{ареом}}$		
Пікнометричний метод $\rho_{\text{пiкн}}$		
Гідростатичний метод $\rho_{\text{гiдрост}}$		

стандартні розчини кислот і лугів. Цим методом визначають концентрацію кислот, лугів, солей слабких кислот і слабких основ, а іноді речовин, які реагують з такими солями. Можна роздільно визначати компоненти, які мають різні кислотно-основні властивості, у їх суміші. В основі титрометричного методу аналізу лежить **закон еквівалентів**: речовини взаємодіють одна з одною в певних масових кількостях, що відповідають їх хімічним еквівалентам, тобто  $n_1 = n_2$ , або  $C_1V_1 = C_2V_2$ , де  $n$  – кількість еквівалентів реагуючої речовини;  $C$  – нормальна (грам-еквівалентна) концентрація речовини в одному із змішуваних розчинів;  $V$  – об'єм розчину, що взятий для титрування або пішов на титрування. Індeksi 1 і 2 відносяться до титрованого розчину (титранту) та розчину, концентрацію якого необхідно визначити.

Основним рівнянням процесу нейтралізації у водних розчинах є взаємодія іонів гідроксонію (іонів водню, протонів) з іонами гідроксилу (гідроксид-іонами), що супроводжується утворенням слабкодисоційованих молекул води



або



Метод нейтралізації дозволяє кількісно визначати кислоти (за допомогою титрованих розчинів лугів), основи (за допомогою титрованих розчинів кислот) та інші речовини, що реагують у стехіометричних співвідношеннях з кислотами та основами у водних розчинах.



У випадку титрування розчинів можливо два варіанти проведення процесу:

1) пряме титрування – аліквоту аналізованого розчину титрують стандартним розчином;

2) зворотне титрування – до аліквоти аналізованого розчину (об'єм, відібраний для аналізу) додають відому надлишкову кількість стандартного розчину і відтитровують надлишок іншим стандартним розчином. Наприклад, у випадку титрування концентрованого розчину аміаку до аліквоти додають певну кількість стандартного розчину  $\text{HCl}$ , а потім її надлишок відтитровують стандартним розчином  $\text{NaOH}$ .

Точне встановлення точки еквівалентності, тобто того моменту, коли кількість доданого реактиву стане еквівалентною кількості речовини, що з ним реагує, має дуже важливе значення в об'ємному аналізі взагалі та в методі нейтралізації зокрема. Практично момент еквівалентності (точку еквівалентності) встановлюють індикаторним методом за зміною забарвлення індикатора, 1–2 краплі якого додають в аналізований розчин.

Індикатори, які застосовують в методі кислотно-основного титрування, являють собою органічні барвники, які мають різне забарвлення в кислому та лужному середовищі. Ці зміни забарвлення залежать від рН розчину. Область значень рН, в якій відбувається зміна кольору індикатора, називають інтервалом переходу індикатора. До найбільш поширених індикаторів належать метиловий оранжевий та фенолфталеїн.

Метиловий оранжевий відноситься до двокольорових індикаторів: в кислому середовищі він має червоне забарвлення, а в лужному – жовто-помаранчеве. Інтервал переходу для нього лежить в діапазоні рН від 3,1 до 4,4. Метиловий оранжевий застосовується для визначення концентрації сильних кислот титруванням лугами.

На відміну від метилового оранжевого фенолфталеїн є однокольоровим індикатором: в кислих розчинах він безбарвний, а в лужних набуває червоно-фіолетового (малинового) забарвлення. Фенолфталеїн найбільш часто застосовують в ході титрування сильних основ кислотами (для визначення концентрації лугу), інтервал переходу лежить в діапазоні рН від 8,0 до 10,0.

Порядок визначення концентрації кислоти або лугу методом титрування такий:

1. Відбирають аліквоту розчину, концентрацію якого хочуть визначити, та переносять її до конічної колби (рис. 14.3, 4). Об'єм аліквоти зазвичай складає 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup> або 5 см<sup>3</sup>, при цьому якщо очікувана концентрація в аналізованому розчині більш ніж у 10 разів перевищує концентрацію титранту (зазвичай 0,1 моль/дм<sup>3</sup> або 0,1 г-екв/дм<sup>3</sup>), то спочатку необхідно розвести аналізований розчин в мірній колбі в 10 або 100 разів, і відбирати аліквоту вже з розведеного розчину.
2. Додати до аліквоти індикатор – метиловий оранжевий для визначення концентрації кислоти або фенолфталеїн для визначення концентрації лугу, та титрувати стандартним розчином лугу або кислоти відповідно, фіксуючи об'єм титранту.

Для цього спочатку заповнюють бюретку 1 (рис. 14.3) стандартним розчином трохи вище за позначку, яка приймається за початок відліку, а потім надлишок розчину зливають в підготовлений стакан 3, натискаючи великим та вказівним пальцями на кульковий клапан 2. При цьому необхідно слідкувати, щоб в нижній частині бюретки не залишилось бульбашок повітря. Під час титрування конічну колбу тримають пальцями однієї руки, а пальцями іншої натискають на кульковий клапан та по краплям додають стандартний розчин, постійно перемішуючи розчин. Кінець титрування (еквівалентну точку) визначають по зміні забарвлення розчину від додавання однієї краплі стандартного розчину.

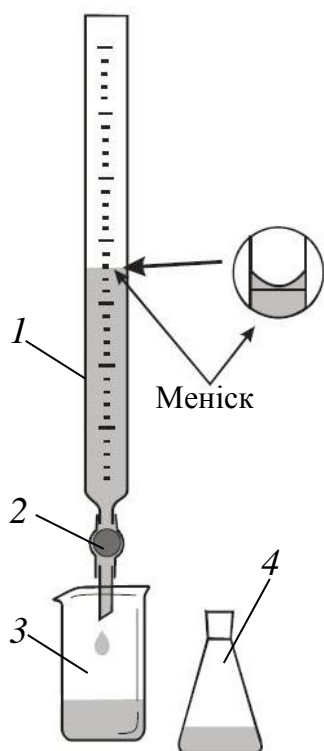


Рис. 14.3. Титрування розчинів: 1 – бюретка; 2 – кульковий клапан; 3 – стакан; 4 – конічна колба для титрування.

3. Титрування повторюють декілька разів, щонайменше тричі, поки об'єми титранту не будуть відрізнятися менш, ніж на 0,1 см<sup>3</sup>.
4. Розрахувати середній об'єм лугу або кислоти, що пішов на титрування.
5. Розрахувати концентрацію кислоти або лугу у вихідному аналізованому розчині, використовуючи рівняння реакції для титрування та закон еквівалентів.

Використовуючи значення густини розчину з довідкової літератури, визначають точну концентрацію отриманого розчину та розраховують відносну похибку значення отриманої концентрації

$$\delta = \frac{|C_{\text{отр}} - C_T|}{C_T} \cdot 100, \%$$

де  $C_{\text{отр}}$  і  $C_T$  – отримана та теоретично очікувана величина концентрації для аналізованого розчину. Кінцеві результати заносять до таблиці 14.9.

В протоколі наводять усі розрахунки. У висновках по роботі необхідно проаналізувати причини виникнення розбіжностей між величинами густини, одержаними різними методами, та пояснити результати титрування.

Таблиця 14.9. Результати експерименту

Походження величини	Розчин 1		Розчин 2	
	$C_n$ , моль/дм <sup>3</sup>	$\delta$ , %	$C_n$ , моль/дм <sup>3</sup>	$\delta$ , %
Очікувана				
Уточнена титруванням				
З величини $\rho_{\text{ареом}}$				
З величини $\rho_{\text{пікн}}$				
З величини $\rho_{\text{гідрост}}$				

## **Приклади завдань**

**Завдання 1.** Уточнити концентрацію приготовлених розчинів виходячи з густини, визначеної ареометричним, пікнометричним та гідростатичним методами.

**Завдання 2.** Уточнити концентрацію приготовленого розчину кислоти (лугу) титруванням.

### **Завдання для самоконтролю**

1. Назвіть одиниці вимірювання густини та їх взаємний перерахунок.
2. Опишіть основні методи визначення густини рідких та твердих речовин в лабораторії.
3. Наведіть конструкцію денсиметра (ареометра) та опишіть порядок роботи з ним.
4. Опишіть методику визначення густини рідин пікнометричним методом.
5. Опишіть методику визначення густини рідин гідростатичним методом.
6. Опишіть методику визначення густини твердих речовин пікнометричним методом.
7. Опишіть методику визначення густини твердих речовин гідростатичним методом.
8. Опишіть методику визначення густини твердих речовин волюмометричним методом.
9. Наведіть формулювання закону еквівалентів та поясніть його сутність.
10. Що таке кислотно-основне титрування та які варіанти його проведення?
11. Опишіть методи визначення концентрації кислоти або лугу.
12. Наведіть методику математичної інтерполяції з табличних величин.

## Лабораторна робота 8. Визначення електродних потенціалів

*Мета роботи:* оволодіти навичками підготовки електродних матеріалів та вимірювання електродних потенціалів; навчитись теоретично розраховувати потенціали можливих електродних реакцій та визначати потенціал-визначальний процес.

**Обладнання та реактиви:** дистильована вода; стакани на 50 см<sup>3</sup>; мірні циліндри 100 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>; мірні піпетки; мірні колби 100 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>; розчини з лабораторної роботи 5; металеві пластинки (мідь, свинець, нікель, залізо, цинк); графітові стрижні; електроди порівняння; фільтрувальний папір; лабораторний термометр типу ТЛ-2 (0–100) °С; з'єднувальні дроти; цифровий мультиметр типу DT830B; ампервольтметр типу M2038, M253, M2015.

### Методика виконання роботи

Під час виконання даної лабораторної роботи проводять визначення електродних потенціалів у відсутності зовнішньої поляризації електрода. В цих умовах на межі поділу «електрод – розчин», в залежності від складу розчину, можуть встановлюватися як рівноважні (оборотні), так і нерівноважні (необоротні, компромісні, корозійні та інші) потенціали.

Електрохімічною системою називають послідовне з'єднання провідників I-го та II-го роду (рис. 14.4) [1].

*Електроліт* – іонний провідник електрики (провідник II-го роду) – це реагенти, а також іонізовані або ті що сприяють іонізації реагентів речовини, які забезпечують проходження електричного струму.

*Електроди* – два електронпровідних тіла, що контактують з розчином електроліту та забезпечують обмін зарядами з учасниками електрохімічної реакції, а також передачу електронів у зовнішнє коло або їх отримання із зовнішнього кола. На електродах – на межі поділу двох фаз з різною електропровідністю – відбувається перенесення заряду і перебігають

електрохімічні реакції, тобто саме тут локалізовано взаємне перетворення хімічної та електричної форм енергії. Електроди необхідно розглядати як найбільш важливу частину електрохімічної системи.

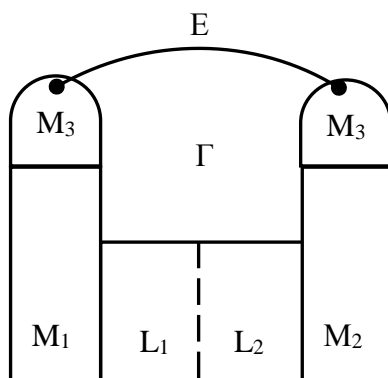


Рис. 14.4. Схема електрохімічної системи:  $M_1, M_2$  – електроди;  
 $L_1, L_2$  – розчини;  $M_3$  – дроти вимірювального кола (металеві провідники);  
 $\Gamma$  – газова фаза;  $E$  – вимірювана ЕРС.

*Зовнішнє коло* – це металеві провідники (провідники I-го роду), які з'єднують електроди та забезпечують проходження струму між ними.

Електрохімічна система, яка виробляє електричну енергію за рахунок хімічних перетворень, що перебігають в ній, називається *хімічним джерелом струму* або *гальванічним елементом*. Електрод, який надсилає електрони у зовнішнє коло, називають *негативним електродом* (негативним полюсом елемента) – *анодом*. Електрод, який приймає електрони із зовнішнього кола, називають *позитивним електродом* (позитивним полюсом елемента) – *катодом*.

Електрохімічна система, в якій за рахунок зовнішньої електричної енергії відбуваються хімічні перетворення, називається *електролізером* або *електролітичною ванною*. Електрод, який приймає електрони від учасників реакції, має назву *анод* (позитивний електрод електролізера). Електрод, який віддає електрони учасникам реакції, має назву *катод* (негативний полюс електролізера). Частина електроліту, що примикає до анода, називається *анолітом*; та, що примикає до катода – *католітом*.

Оскільки втрата електронів відповідає реакції окиснення, а їх приєднання – реакції відновлення, то анод – це електрод, на якому відбувається окиснення, а катод – електрод, на якому відбувається відновлення.

#### *Виникнення потенціалу*

Якщо металеву пластинку занурити у воду, то полярні молекули води внаслідок гідратації поверхні спричинятимуть перехід гідратованих катіонів металу в розчин. При цьому електрони, що у надлишку залишаються в металі, заряджають його поверхневий шар негативно. Виникає електростатичне притягання між гідратованими катіонами, які перейшли в розчин, і поверхнею металу. У результаті цього в системі встановлюється рухлива рівновага:



де  $n$  – кількість електронів, що приймають участь у процесі. Рівновага має динамічний характер, процеси у рівновазі йдуть із однаковою швидкістю в прямому й зворотному напрямку. Ця швидкість, виражена в струмових одиницях (А) та віднесена до одиниці поверхні ( $\text{cm}^2$  або  $\text{m}^2$ ) межі поділу, має назву *струм обміну*  $i_0$  і є кінетичною характеристикою рівноваги між електродом і розчином. Подвійний електричний шар, що виникає на межі поділу «метал – рідина», характеризується певним стрибком потенціалу, який називають *електродним потенціалом*. Величина цього потенціалу відповідає кількості електричної роботи, необхідної для перенесення одиниці заряду з однієї точки фази в іншу [18].

В стані рівноваги можливі такі часткові випадки.

1. Іони металу частково перейшли з розчину на електрод, і оскільки вони мають позитивний заряд, електрод в результаті цього переходу заряджається позитивно по відношенню до розчину та притягує до своєї поверхні негативно заряджені іони. Такий випадок більш властивий для металів із позитивною величиною електродного потенціалу, занурених у розчин своєї солі.

2. У випадку, коли частина атомів металу перейде у вигляді позитивних іонів у розчин, на електроді залишаться надлишкові електрони, електрод заряджається по відношенню до розчину негативно та притягує до своєї поверхні позитивні іони розчину. Таке явище найбільш часто зустрічається для металів з негативною величиною електродного потенціалу, занурених у розчин своєї солі.

3. Стрибок потенціалу може виникати на межі поділу «електрод – розчин» і в тому випадку, коли іони матеріалу електрода в розчині відсутні, тобто коли електрод в даному середовищі є інертним. Наприклад, якщо електрод з платини помістити в розведений розчин хлоридної кислоти та продувати через розчин водень, то останній буде адсорбуватись платиною і між адсорбованим воднем та розчином встановиться рівновага



і між розчином та платиною виникне стрибок електричного потенціалу. Роль інертного матеріалу у виникненні стрибка потенціалу при цьому зводиться до приймання та віддачі електронів, які приймають участь в електродній реакції.

В загальному випадку залежність потенціалу будь-якого електрода від складу розчину та температури описується *рівнянням Нернста*:

$$E = E^0 + \frac{RT}{zF} \ln \frac{a_{\text{Ox}}}{a_{\text{Red}}} = E^0 + \frac{2,3RT}{zF} \lg \frac{a_{\text{Ox}}}{a_{\text{Red}}},$$

де  $E^0$  – стандартний потенціал реакції, що перебігає на електроді;  $a_{\text{Ox}}$  і  $a_{\text{Red}}$  – активність потенціалвизначальних іонів (атомів, молекул), які знаходяться в окисненій або відновленій формі відповідно;  $R$  – універсальна газова стала,  $R = 8,31$  Дж/(моль·К);  $T$  – абсолютна температура, К;  $F$  – число Фарадея,  $F \approx 96500$  Кл/моль;  $z$  – кількість електронів, що беруть участь в електродній реакції.

Наприклад, для електродної рівноваги



окиснена форма

відновлена форма



можна записати

$$E = E^0 + \frac{2,3RT}{nF} \lg \frac{a_A^a \cdot a_B^b}{a_C^c \cdot a_D^d}.$$

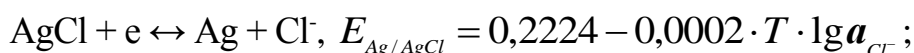
Якщо одним із учасників електродної рівноваги є газ, то для нього замість активності використовують величину парціального тиску. Активності твердих речовин та води, які можуть також брати участь в електродній реакції, приймають сталими і в рівняння Нернста не вводять.

Абсолютні значення електродних потенціалів виміряти неможливо, тому завжди визначають відносні електродні потенціали в певних умовах – так звані стандартні електродні потенціали  $E^0$ , визначені в стандартних умовах (температура 298,15 К, тиск 101325 Па, активність іонів 1 моль/дм<sup>3</sup>) відносно водневого електрода, стандартний потенціал якого умовно прийнятий за нуль. Визначити електродний потенціал можна вимірюючи електрорушійну силу (ЕРС) електрохімічної системи, одним електродом якої є досліджуваний, а іншим – стандартний водневий електрод.

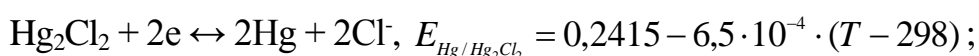
Стандартний водневий електрод являє собою пластину з платинованої платини, занурену у розчин сульфатної кислоти з активністю протонів 1 моль/дм<sup>3</sup>, і яка обдувається воднем, тобто парціальний тиск водню дорівнює 101325 Па [7], [8].

Проте стандартний водневий електрод на практиці важко реалізувати внаслідок чутливості платини до різних домішок, тому звичайно для вимірювання потенціалів використовують інші електроди, які є більш стабільними і зручними у виготовленні та застосуванні, і потенціали яких відомі. Ці допоміжні електроди з відомим, добре відтворюваним потенціалом, називають *електродами порівняння*. До таких електродів порівняння належать (система, потенціалутворююча реакція та рівняння Нернста для розрахунку потенціалу):

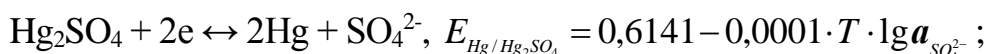
– хлорсрібний  $\text{Ag, AgCl} \mid \text{Cl}^-$



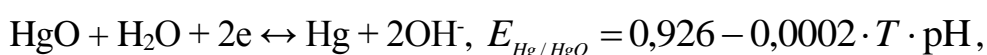
– каломельний Hg,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2 \mid \text{Cl}^-$  (в насиченому розчині KCl)



– ртутносульфатний Hg,  $\text{Hg}_2\text{SO}_4 \mid \text{SO}_4^{2-}$



– ртутнооксидний Hg,  $\text{HgO} \mid \text{OH}^-$



та деякі інші.

Таким чином, визначити потенціал будь-якого електрода можна склавши гальванічний елемент, що складається з електрода порівняння та електрода, потенціал якого хочуть визначити [17]. При цьому на електроді, якому відповідає менше значення стандартного потенціалу, відбуватиметься реакція окиснення ( $E_{\text{ок}}$ ), а на електроді з вищим його значення – реакція відновлення ( $E_{\text{відн}}$ ), тобто в гальванічному елементі загальна окисно-відновна реакція може мимовільно відбуватися в тому напрямку, в якому електрохімічна напівреакція є окисною:

$$E_{\text{EPC}} > 0 \text{ або } E_{\text{ок}} - E_{\text{відн}} > 0.$$

Чим більшим є стандартний потенціал напівреакції, тим сильнішим окисником є окиснена форма речовини, і, навпаки, чим менший її стандартний потенціал (більш електронегативний), тим сильнішим відновником є відновлена форма речовини.

Визначення значень електродних потенціалів металів як за умов поляризації електродів, так і за її відсутності проводяться для вивчення механізмів і кінетики електрохімічних процесів, що перебігають на межі поділу «метал – розчин».

Для визначення електродних потенціалів збирають електричне коло (рис. 14.5), до складу якого входять електрохімічна комірка (ЕХК) із

робочим електродом 1, проміжні стаканчики 4 і 5, сольові місткі 3, електрод порівняння 6 і вольтметр з високим вхідним опором 7.

Проміжні стаканчики і сольові місткі виконують подвійну роль. По-перше, вони утворюють електричний зв'язок між робочим електродом і електродом порівняння і об'єднують їх в єдину електрохімічну систему. По-друге, проміжні стаканчики і сольові місткі не дозволяють робочому розчину проникнути до електрода порівняння, що може призвести до зміни потенціалу електрода порівняння і, навпаки, не дозволяють розчину із електрода порівняння перейти до робочого електроліту, а це також може вплинути на процеси, що відбуваються на поверхні робочого електрода, і, відповідно, на електродний потенціал. В якості сольових містків використовують фільтрувальний папірець, або скляні трубочки, заповнені агар-агаром, насиченим КСІ або чистим розчином. Заповнення скляних сольових містків виконують за допомоги гумової груші.

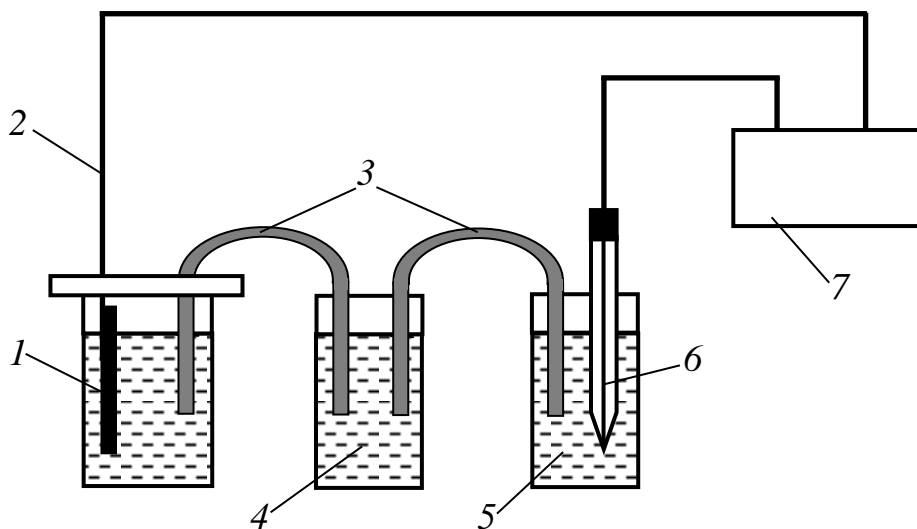


Рис. 14.5. Схема установки для вимірювання електродних потенціалів металів:  
1 – робочий електрод; 2 – з'єднувальні провідники; 3 – сольові місткі;  
4, 5 – проміжні стаканчики; 6 – електрод порівняння; 7 – високоомний вольтметр.

Використання вольтметра із високим вхідним опором виключає виникнення поляризації робочого електрода внаслідок його з'єднання із електродом порівняння. Такими вольтметрами є всі електронні прилади.

Крім високого вхідного опору, ці прилади мають високу чутливість, швидкодію і роздільну здатність. Правила роботи із вольтметром надаються в паспорті до приладу.

Перед вимірюванням електродного потенціалу всі ємності заповнюються відповідними розчинами: ЕХК і стаканчик 4 заповнюються робочим електролітом, стаканчик 5 – електролітом того ж самого складу, що містить електрод порівняння, а між стаканчиками і ЕХК встановлюють сольові місткі.

Для визначення електродних потенціалів металів необхідно спочатку провести їх попередню обробку, що дозволяє отримати однорідну за хімічними і фізичними властивостями, стабільну і відтворювану, щодо активності, поверхню метала. В залежності від хімічного складу металу кожен електрод проходить свою індивідуальну обробку, але існують загальні етапи, які включають:

- термічне оброблення (гомогенізація складу поверхні);
- механічне зачищення (надання визначеної шорсткості);
- знежирення (видалення із поверхні плівки жирів);
- хімічне травлення (виділення деформованих і неоднорідних шарів металу);
- електрохімічне (катодна і анодна) оброблення в розчинах кислот або лугів;
- пасивування;
- активування.

Після 3-го–7-го етапів проводять промивання поверхні електродів водою. Якщо метали попередньо не проходили механічного оброблення тиском, то перший етап обробки їх поверхні виключають.

Електроди, виготовлені із заліза, спочатку обробляють наждачним папером різної зернистості і знежирюють содою. Промивають спочатку у водопровідній, потім у дистильованій воді і травлять в розчині сульфатної

кислоти концентрацією 1 моль/дм<sup>3</sup>, знов промивають дистильованою водою і занурюють в досліджуваний робочий розчин. Час травлення в розчині сульфатної кислоти за 25 °С не перевищує одної хвилини.

Зразки із цинку, кадмію, міді і їх сплавів проходять таку ж саму механічну обробку, що й зразки, виготовлені із заліза. Зразки із цинку і кадмію травлять в розчині сульфатної кислоти, а міді – в 25 %-вому розчині нітратної кислоти (час травлення від 5 сек до 15 сек.).

Зразки із алюмінію і його мідних сплавів (дюралюміній) також спочатку обробляють наждачним папером, потім травлять в 5 %-вому розчині лугу (до 2 хв.), промивають у дистильованій воді, травлять в 25 %-вому розчині нітратної кислоти (від 15 сек до 30 сек.) і знову промивають в дистильованій воді.

Електроди, виготовлені із графіту, спочатку обробляють дрібнозернистим наждачним папером, знежирюють содою і промивають дистильованою водою.

Після проведення обробки торкатися до поверхні електродів руками не можна. Для вимірювання потенціалів електроди підключають до вольтметра і після цього занурюють в робочі розчини. Заміри величин різниці потенціалів робочого електрода та електрода порівняння  $E_{EPC}$  проводять через визначені інтервали часу, починаючи із моменту занурювання в розчин, до встановлення їх сталого значення.

Значення  $E_{EPC}$ , які являють собою значення потенціалу робочого електрода по відношенню до електрода порівняння  $E^{PE}_{(EP)}$ , та теоретично розрахованих електродних потенціалів для різних матеріалів електродів, концентрації і складу робочих розчинів вносять в таблиці 14.10 і 14.11. За отриманими та розрахованими даними будують графічні залежності в координатах “Потенціал – концентрація (або логарифм концентрації)”.

Для вірного визначення величини потенціалу електроди підключають до вольтметра наступним чином: електрод порівняння (EP)

приєднують до чорного контакту вольтметра (“-”), а робочий електрод (РЕ) – до червоного (“+”). Тоді потенціал робочого електрода (по відношенню до нормального водневого електрода) буде визначатись з рівняння

$$E^{PE}_{(H_2)} = E_{EP} + E_{PC}.$$

Для кожної очікуваної електродної реакції розраховують значення рівноважного електродного потенціалу відповідно до рівняння Нернста та визначають похибку її вимірювання (табл. 14.11).

Таблиця 14.10. Результати визначення електродних потенціалів

Умови вимірювання		Значення $E_{EPC}$ , В									
		Інтервали вимірювання, хвилини									
		0	1	5	10	15	20	25	30		
Матеріал електрода											
Склад розчину	$C_1$ , моль/дм <sup>3</sup>										
	$C_2$ , моль/дм <sup>3</sup>										
	$C_3$ , моль/дм <sup>3</sup>										
	$C_4$ , моль/дм <sup>3</sup>										
Температура, °С											
Електрод порівняння і потенціал-утворююча реакція на ньому											

Таблиця 14.11. Результати визначення електродних потенціалів

№	Концентрація електроліту $C$ , моль/дм <sup>3</sup>	Потенціал електрода по відношенню до електрода порівняння, $E_{PC}$ , В	Потенціал електрода по відношенню до водневого електрода (воднева шкала), $E^{PE}_{(H_2)}$ , В	Теоретичне значення рівноважного потенціалу електрода, В

В ході аналізу отриманих значень потенціалів металів слід пам'ятати, що не для всіх металів можна визначити їх рівноважні значення. До таких відносяться метали, які не можна виділити із водних розчинів (такі, що мають значний негативний електродний потенціал), метали платинової групи, а також ряд інших металів. Крім того, в розчинах

з низькою активністю іонів металів (концентрація  $C = 1 \cdot 10^{-4}$ – $1 \cdot 10^{-5}$  моль/дм<sup>3</sup>) і в розчинах, що контактують із повітрям, на поверхні електродів одночасно із рівновагою за участю іонів метала можуть встановлюватися рівновага за участю молекул кисню, що знаходиться в розчиненому стані в цих розчинах (кисневий електрод), і рівновага за участю іонів гідрогену (водневий електрод). Внаслідок цих додаткових електродних реакцій відбувається відхилення рівноважних потенціалів металів від їх теоретичних значень. На нерозчинних (графітових) електродах можливе встановлення електродної рівноваги за участю іонів металу, іонів гідрогену або молекул розчиненого кисню. В тому випадку, якщо металева пластинка занурюється в розчин, який не містить іонів даного металу, то для розрахунку його електродного потенціалу у рівнянні Нернста використовують значення активності (концентрації) іонів металу  $10^{-6}$  моль/дм<sup>3</sup>.

Рівновага на водневому електроді виражається рівнянням  $2H^+ + 2e^- \leftrightarrow H_2$ , а рівняння для розрахунку потенціалу електрода з  $T = 298$  К:

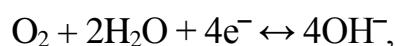
$$E_{H^+/H_2} = \frac{0,059}{2} \cdot \lg \frac{a_{H^+}^2}{p_{H_2}},$$

де  $a_{H^+}$  – активність іонів  $H^+$  в електроліті;  $p_{H_2}$  – парціальний тиск водню, в атмосфері  $p_{H_2} = 2 \cdot 10^{-5}$  атм.

З огляду на те, що  $\lg a_{H^+} = -pH$ , одержуємо

$$E_{H^+/H_2} = -0,0295 \cdot \lg p_{H_2} - 0,059 \cdot pH.$$

Аналогічно водневому електроду створюється кисневий електрод. Якщо на кисневому електроді перебігає реакція



то вираз для розрахунку електродного потенціалу має вигляд для  $T = 298$  К

$$E_{O_2/OH^-} = E^0_{O_2/OH^-} + \frac{0,059}{4} \cdot \lg \frac{p_{O_2} \cdot a_{H_2O}^2}{a_{OH^-}^4},$$

де  $E^0_{O_2/OH^-}$  – стандартний потенціал кисневого електрода, рівний +0,401 В для наведеної реакції (в лужному середовищі). Оскільки активність води в ході реакції змінюється мало, то

$$E = E^0_{O_2/OH^-} + 0,0147 \cdot \lg \frac{p_{O_2}}{a_{OH^-}^4},$$

або

$$E_{O_2/OH^-} = 1,23 + 0,0147 \cdot \lg p_{O_2} - 0,059 \cdot \text{pH}.$$

Потенціал кисневого електрода приймає більш позитивне значення зі збільшенням тиску кисню (в атмосфері він складає 0,21 атм) і зменшенням рН.

На основі співставлення значення потенціалів металів, визначених під час виконання лабораторної роботи, із значеннями потенціалів, розрахованими за різної активності іонів металів за рівнянням Нернста, роблять висновки про природу потенціалів. Потенціал можна вважати рівноважним, якщо експериментально визначене значення співпадає із розрахованим за рівнянням Нернста для даної реакції. В тому разі, якщо на електроді не досягнутий стан рівноваги внаслідок уповільненості електродного процесу або поганої підготовки поверхні, експериментально визначений потенціал буде відрізнятися від теоретично розрахованого і його називають нерівноважним. Якщо ж на електроді стає можливим перебіг декількох суміщених процесів (за участю іонів металу та молекул води або розчиненого кисню), то на електроді реалізується компромісний потенціал.

### **Приклади завдань**

**Завдання 1.** Визначити потенціал, який встановлюється на електроді з металу в розчині його солі з концентрацією С, 0,1С, 0,001С і 0,0001С, та порівняти його з теоретично розрахованим.



**Завдання 2.** Визначити потенціал, який встановлюється на графітовому електроді в розчині солі з концентрацією  $C$ ,  $0,1C$ ,  $0,001C$  і  $0,0001C$ , та порівняти його з теоретично розрахованим.

**Завдання 3.** Визначити потенціал, який встановлюється на металевому електроді в розчині кислоти з концентрацією  $C$ ,  $0,1C$ ,  $0,001C$  і  $0,0001C$ , та порівняти його з теоретично розрахованим.

**Завдання 4.** Визначити потенціал, який встановлюється на графітовому електроді в розчині кислоти (лугу) з концентрацією  $C$ ,  $0,1C$ ,  $0,001C$  і  $0,0001C$ , та порівняти його з теоретично розрахованим.

#### **Завдання для самоконтролю**

1. Електрохімічна система: характеристика і переваги над іншими перетворювачами хімічної енергії в електричну.
2. Основні складові електрохімічних систем.
3. Які окисно-відновні процеси відбуваються на електродах в електрохімічних системах?
4. Електрохімічна комірка, її будова та призначення компонентів.
5. Класифікація електродів за призначенням.
6. Класифікація електродів за агрегатним станом.
7. Типи робочих електродів.
8. Електроди порівняння, призначення і типи.
9. Електрорушійна сила (ЕРС) електрохімічної системи і потенціал електрода.
10. Оборотні і необоротні, рівноважні і нерівноважні, компромісні електродні потенціали.
11. Рівняння Нернста для рівноважних потенціалів.
12. Потенціалвизначальні іони, густина струму обміну.
13. Стандартні електродні потенціали.
14. Поляризація електродів, поляризуємі і неполяризуємі електроди.
15. Визначення активності іонів металу і рН розчинів.

16. Види і методики попередньої обробки поверхні робочих електродів.
17. Схема установки для визначення електродних потенціалів металів.
18. Призначення проміжних ємностей і сольових місточків.
19. Порядок приведення установки для визначення електродних потенціалів металу до робочого стану.
20. Чому для визначення електродних потенціалів використовують вольтметри із високим вхідним опором?

### **Лабораторна робота 9. Визначення тиску та витрати газу**

*Мета роботи:* набуття навичок одержання газів в лабораторії, визначення їх витрати різними типами витратомірів; ознайомлення з пристроями для створення надлишкового тиску та розрідження.

**Обладнання та реактиви:** колба Бунзена; вакуумметр; водострумний насос; капілярний реометр; ротаметр; барабанний лічильник; склянки Салюцо-Вульфа; побудник витрат (повітряний компресор).

#### **Методика виконання роботи**

Визначити величину розрідження, яке створюється за допомогою вакуумного насосу, можна використовуючи вакуумметр (рис. 14.6). Для цього до всмоктувальної трубки водострумного насоса 2 через товстостінний гумовий шланг приєднують з'єднані між собою за допомогою трійника мембранний вакуумметр 3 та вакуумована колба 4 (колба Бунзена). *Перед роботою потрібно обов'язково перевірити вакуумовану колбу на відсутність тріщин та дефектів скла, після чого загорнути колбу у рушник або в спеціальний захисний мішок!* Після перевірки насос приєднують до водогінної мережі 1 та повільно відкривають кран, встановлюючи рівномірний струмінь води. Для створення вакууму в колбі 4 триходовий кран 5 повертають у

положення  $\perp$ , при цьому за допомогою вакуумметра 3 визначають максимальне розрідження, якого можна досягти.

Водострумні насоси можуть створювати не тільки вакуум, але і надлишковий тиск, для чого можна використати установку, схема якої зображена на рис. 14.7. Реометр 6 і ротаметр 7 призначені для визначення витрати газу, який перекачує водострумний насос 2. Нижня частина водострумного насоса 2 вводиться в склянку 3 з нижнім тубусом для

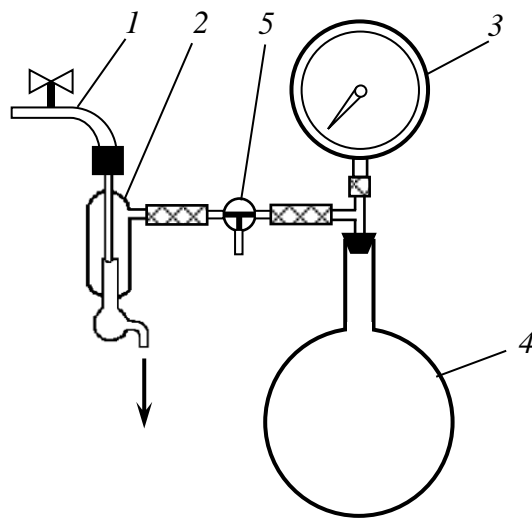


Рис. 14.6. Схема установки для визначення величини розрідження: 1 – водогінна система; 2 – водострумний насос; 3 – вакуумметр; 4 – вакуумована колба; 5 – триходовий кран.

зливання води, і за допомогою крану 4 регулюють зливання води таким чином, щоб під час роботи насосу склянка 3 залишалась заповненою приблизно на  $\frac{1}{3}$ . Для створення розрідження триходові крани встановлюють в положення: 5 –  $\perp$ , 8 –  $\top$ , та знімають гумову трубку, яка з'єднує склянку 3 та кран 5, при цьому повітря засмоктується ззовні через кран 5, проходить через реометр 6, ротаметр 7 та потрапляє до насоса 2. Для роботи водострумного насоса в режимі газодувки триходові крани встановлюють в положення: 5 –  $\perp$ , 8 –  $\perp$  і знімають гумову трубку, яка з'єднує кран 8 та ротаметр 7. В такому випадку з нижньої трубки насоса 2 виходить пароповітряна суміш, яка розділяється в склянці 3, і повітря з

невеликим надлишковим тиском виходить через верхню трубку і проходить через кран 5, реометр 6 і ротаметр 7.

Градування та періодичну перевірку реометрів та ротаметрів в лабораторії проводять, використовуючи барабанный газовий лічильник («газовий годинник») (рис. 14.8). Повітря зі сталою швидкістю від побудника витрат 1, в якості якого можна використовувати мембранний аерокомпрессор, проходить через капіляр реометра 2 та трубку ротаметра 3, викликаючи встановлення певної різниці висоти стовпчика води в реометрі та піднімання поплавця на відповідну висоту. При цьому дійсну величину витрати визначають за допомогою барабанного лічильника 5. Змінюючи величину витрати, будують графіки залежності «різниця висоти стовпчиків води, см – витрата повітря,  $\text{дм}^3/\text{хв.}$ » та «висота підняття поплавця, см – витрата повітря,  $\text{дм}^3/\text{хв.}$ » за даної температури.

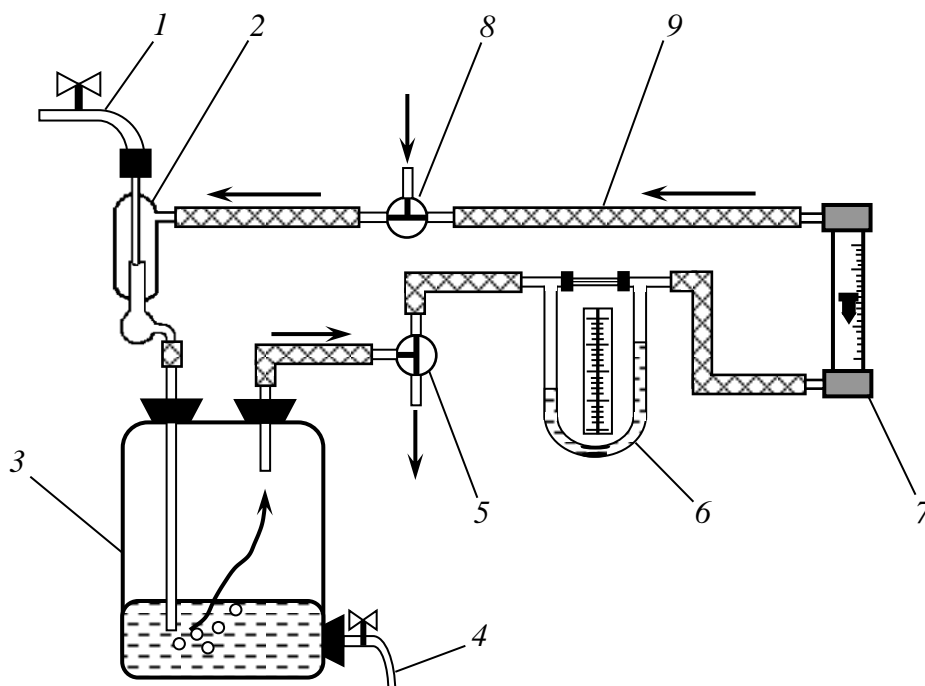


Рис. 14.7. Схема установки для створення розрідження та надлишкового тиску: 1 – водогінна система; 2 – водоструминний насос; 3 – склянка Салюцо-Вульфа; 4 – кран для зливання води; 5, 8 – триходові крани; 6 – капілярний реометр; 7 – ротаметр; 9 – з'єднувальні шланги.

## Приклади завдань

**Завдання 1.** Визначити вплив температури води, швидкості водяного потоку та типу водоструминного насосу на величину розрідження, якого можна досягти за допомогою водоструминного насосу. Побудувати графічну залежність «Остаточний тиск – час роботи водоструминного насосу».

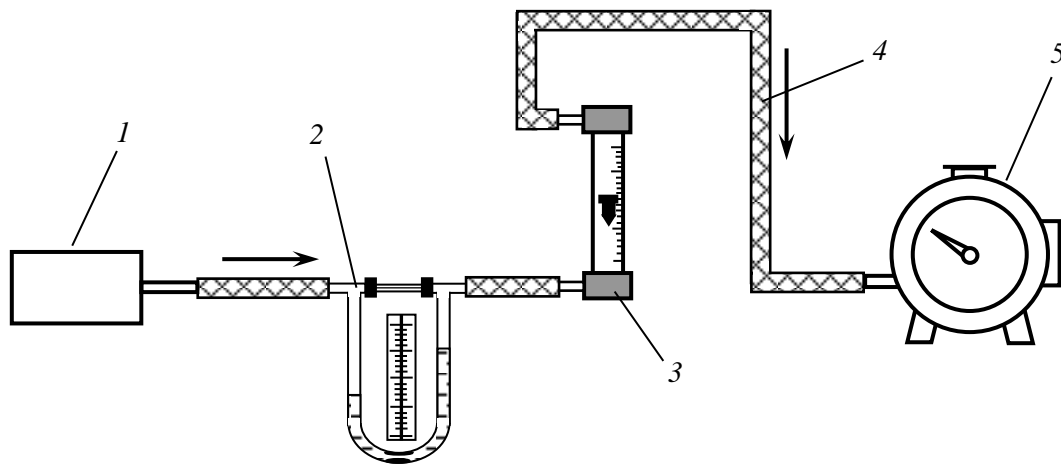


Рис. 14.8. Схема установки для калібрування реометра та ротаметра: 1 – побудник витрат повітря; 2 – капілярний реометр; 3 – ротаметр; 4 – з'єднувальні шланги; 5 – барабанний газовий лічильник.

**Завдання 2.** Використовуючи капілярний реометр та газовий ротаметр, визначити можливість застосування водоструминного насоса як побудника витрати.

**Завдання 3.** Використовуючи повітряний компресор, побудувати калібрувальні графіки для ротаметра та капілярного реометра за температури в лабораторії.

### Завдання для самоконтролю

1. Дайте визначення поняття «тиск», наведіть одиниці вимірювання та їх взаємний перерахунок.
2. Опишіть будову та принцип дії ртутного барометра.

3. Опишіть будову та принцип дії U-подібного дифманометра.
4. Назвіть основні типи пристроїв для визначення витрати газу.
5. Опишіть будову та принцип дії газового ротаметра.
6. Опишіть будову та принцип дії капілярного реометра.
7. Поясніть методику градуювання та перевірки пристроїв для визначення витрати газу.
8. Порівняйте принцип дії та межі застосування ротаметра та капілярного реометра.
9. Опишіть метод створення надлишкового тиску в лабораторних умовах.
10. Опишіть метод створення розрідження в лабораторних умовах.
11. Наведіть будову та поясніть принцип дії водоструминного насосу.

## СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Антропов Л. І. Теоретична електрохімія : підручник / Л. І. Антропов ; пер. з рос. Ріжко В. П. – Київ : Либідь, 1993. – 544 с.
2. Бурак Г. А. Задачи и упражнения по химии : учебно-методическое пособие / Г. А. Бурак и др. ; под ред. В. Н. Яглова. – Минск : БНТУ, 2006. – 124 с.
3. Воскресенский П. И. Основы техники лабораторных работ : учеб. пособие для хим. техникумов / П. И. Воскресенский. – М. : Госхимиздат, 1986. – 272 с.
4. Гольбрайх З. Е. Сборник задач и упражнений по химии : учеб. пособие для хим. технол. вузов / З. Е. Гольбрайх. – М. : Высш. шк., 1984. – 224 с.
5. Гордон А. Спутник химика. Физико-химические свойства, методики, библиография / А. Гордон, Р. Форд ; пер. с англ. Розенберга Е. Л., Коппель С. И. – М. : Мир, 1976. – 543 с.
6. Горячкин Е. Н. Лабораторная техника и ремесленные приемы / Е. Н. Горячкин. – М. : Просвещение, 1969. – 472 с.
7. Дамаскин Б. Б. Основы теоретической электрохимии : учеб. пособие для вузов / Б. Б. Дамаскин, О. А. Петрий. – М. : Высш. шк., 1978. – 239 с.
8. Девис С. Электрохимический словарь / С. Девис, А. Джеймс ; пер. с англ. Оганесяна С. К., Павлова В. Н. – М. : Мир, 1979. – 289 с.
9. Загальна та неорганічна хімія : підруч. для студ. вищ. навч. закладів : у 2-х ч. / О. М. Степаненко, Л. Г. Рейтер, В. М. Ледовських, С. В. Іванов. – Київ : Педагогічна преса, 2002. – 520 с.

10. Задачник по химии / Н. А. Амирханова, Л. С. Беляева, В. А. Белоногов и др. ; под ред. Н. А. Амирхановой. – Уфа : ДизайнПолиграфСервис, 2002. – 112 с.
11. Захаров Л. Н. Начала техники лабораторных работ / Л. Н. Захаров. – Л. : Химия, 1981. – 191 с.
12. Захаров Л. Н. Техника безопасности в химических лабораториях : справ. изд. / Л. Н. Захаров. – 2-е изд., перераб. и доп. – Л. : Химия, 1991. – 336 с.
13. Кириченко В. І. Загальна хімія : навч. посіб. / В. І. Кириченко. – Київ : Вища шк., 2005. – 639 с.
14. Коленко Е. А. Технология лабораторного эксперимента : справочник / Е. А. Коленко. – СПб. : Политехника, 1994. – 751 с.
15. Крель Э. Руководство по лабораторной перегонке / Э. Крель ; пер. с нем. Чернышева В. И., Шафрановского В. И. – М. : Химия, 1980. – 520 с.
16. Легошин А. Я. Стеклодувное дело : учеб. пособие для техникумов / А. Я. Легошин, Л. А. Мануйлов. – М. : Высш. шк., 1985. – 119 с.
17. Методы измерения в электрохимии : монография : в 2-х томах / под ред. Э. Егера, А. Залкинда ; пер. с англ. Маркина В. С., Пастушенко В. Ф. – М. : Мир, 1977. – Т. 1. – 585 с. ; Т. 2. – 475 с.
18. Ньюмен Дж. Электрохимические системы / Дж. Ньюмен ; пер. с англ. Пастушенко В. Ф. ; под ред. Ю. А. Чизмадзева. – М. : Мир, 1977. – 463 с.
19. Пискарева С. К. Аналитическая химия : учеб. для средних специальных учеб. заведений / С. К. Пискарева, К. М. Барашков, К. М. Ольшанова. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Высш. шк., 1994. – 384 с.
20. Правдин П. В. Лабораторные приборы и оборудование из стекла и фарфора : справ. изд. / П. В. Правдин. – М. : Химия, 1988. – 336 с.



21. Рачинский Ф. Ю. Техника лабораторных работ / Ф. Ю. Рачинский, М. Ф. Рачинская. – Л. : Химия, 1982. – 432 с.
22. Ротинян А. Л. Теоретическая электрохимия / А. Л. Ротинян, К. И. Тихонов, И. А. Шошина. – Л. : Химия, 1981. – 423 с.
23. Серeda И. П. Конкурсные задачи по химии. Поступающим в вузы / И. П. Серeda. – Киев : Вища шк., 1984. – 232 с.
24. Справочник химика : в 7 томах – Т. 3. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.–Л. : Химия, 1964. – 1008 с.
25. Степин Б. Д. Техника лабораторного эксперимента в химии : учеб. пособие для вузов / Б. Д. Степин. – М. : Химия, 1999. – 600 с.
26. Вода для застосування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння : ДСТУ ISO 3696:2003. – [Чинний від 1994–07–01]. – Київ : Держстандарт, 1993. – 25 с.
27. Державні санітарні правила охорони атмосферного повітря населених місць (від забруднення хімічними та біологічними речовинами) (ДСП 201–97) : затверджено наказом Міністерства охорони здоров'я України від 9 липня 1997 р. № 201. [Електронний ресурс]. – Режим доступу: <http://zakon.rada.gov.ua/rada/show/v0201282-97>. – Назва з екрану. – Мова укр.
28. Інформація та документація. Звіти у сфері науки і техніки. Структура та правила оформлення : ДСТУ 3008:2015. – [Чинний від 2017–07–01]. – К. : ДП «УкрНДЦ», 2016. – 31 с. – (Національний стандарт України).
29. Метрологія. Одиниці фізичних величин. Похідні одиниці фізичних величин міжнародної системи одиниць та позасистемні одиниці. Основні поняття, назви та позначення : ДСТУ ISO 3651.1–97. – [Чинний від 1999–01–01]. – Київ : Держстандарт, 1998. – 115 с.
30. Метрологія. Повірка засобів вимірювальної техніки. Організація та порядок проведення : ДСТУ 2708:2006. – [Чинний від 2006–07–01]. – Київ : Держспоживстандарт України, 2006. – 25 с.

31. Метрологія. Шкали температурні : ДСТУ 4017–2001. – [Чинний від 2002–01–01]. – Київ : Держстандарт, 2001. – 30 с.
32. Перетворювачі термоелектричні. Загальні технічні умови : ДСТУ 2857–94 (ГОСТ 6616–94). – [Чинний від 1996–01–01]. – Київ : Держстандарт, 1995. – 44 с.
33. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (ISO 1024–83, 4788–80) : ГОСТ 1770–74. – [Действует от 1976–01–01]. – М. : Стандартиформ, 2006. – 12 с. – (Межгосударственный стандарт).
34. Приборы электроизмерительные аналоговые с непосредственным отсчетом. Наносимые условные обозначения : ГОСТ 23217–78. – [Действует от 1980–01–01]. – М. : Издательство стандартов, 1993. – 19 с. – (Межгосударственный стандарт).
35. Прилади неавтоматичні зважувальні. Загальні технічні вимоги та методи випробувань : ДСТУ EN 45501:2007. – [Чинний від 2009–01–01]. – Київ : Держспоживстандарт, 2008. – 76 с.
36. Реактиви та особливо чисті речовини. Позначення та методи визначення чистоти. Терміни та визначення : ДСТУ 2216–93. – [Чинний від 1994–07–01]. – Київ : Держстандарт, 1993. – 25 с. – (Державний стандарт України).
37. Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний (ISO 695-84, 719-85) : ГОСТ 21400–75. – [Действует от 2010–04–19]. – М. : Госстандарт СССР, 1991. – 7 с. – (Межгосударственный стандарт).

## ТЕРМІНОЛОГІЧНИЙ ПОКАЖЧИК

<i>Азбест</i> .....	45	<i>Кристалізація</i> .....	240
<i>Алонж</i> .....	88	ізогідрична.....	241
<i>Апарат</i>		ізотермічна.....	242
Кіппа.....	245	<i>Лійка</i>	
Парсонса.....	248	лабораторна.....	75
Сент-Клер-Девіля.....	245	подільна.....	74
<i>Ареометр</i> .....	125	<i>Манометр</i> .....	256
<i>Аретир</i> .....	103	деформаційний.....	258
<i>Балон</i>		рідинний.....	256
газовий.....	270	<i>Мірний посуд</i> .....	115
<i>Барботування</i> .....	226	бюретка.....	121
<i>Бюкс</i> .....	75	колба.....	118
<i>Випарювання</i> .....	229	мензурка.....	116
вакуумне.....	231	піпетка.....	119
<i>Висолювання</i> .....	240	циліндр.....	116
<i>Вода дистильована</i> .....	62	<i>Млин</i>	
<i>Вологочутливість</i> .....	13	вібраційний кульовий.....	184
<i>Годинник газовий</i> .....	260	колоїдний.....	185
<i>Годинникове скло</i> .....	82	лабораторний кульовий.....	183
<i>Графіт</i> .....	44	стрижневий.....	184
<i>Гума</i> .....	60	<i>Муфта</i> .....	<i>См. Шліфи скляні</i>
<i>Густина речовини</i> .....	124	<i>Насос</i>	
<i>Демпфер</i> .....	104	відцентровий.....	203
<i>Денсиметр</i> .....	<i>См. ареометр</i>	водострумний.....	264
<i>Дзвін</i> .....	70	перистальтичний.....	205
<i>Динас</i> .....	42	пластинчасто-роторний.....	267
<i>Дистиляція</i> .....	<i>См. перегонка</i>	сильфонний.....	204
<i>Діабаз</i> .....	42	трубчастий безклапанний.....	205
<i>Ексикатор</i> .....	73	<i>Нікель</i> .....	53
<i>Ефект Ребіндера</i> .....	185	<i>Нікель Ренея</i> .....	181
<i>Каучук кремнійорганічний</i> .....	61	<i>Отруйність</i> .....	15
<i>Кераміка</i>		<i>Перегонка</i> .....	208
з діоксиду цирконію.....	43	з водяною парою.....	212
оксидна.....	40	молекулярна.....	213
периклазова.....	43	проста.....	208
<i>Керн</i> .....	<i>См. шліфи скляні</i>	у вакуумі.....	210
<i>Ковпак</i> .....	70	<i>Пікнометр</i> .....	118
<i>Колба</i> .....	66	Рейсшауера.....	131
<i>Корунд</i> .....	42	<i>Пірографіт</i> .....	45
<i>Крапельниця</i> .....	75	<i>Платина</i> .....	52

<i>Пожежонебезпечність</i> .....	14	<i>Терези</i> .....	94
<i>Полівінілхлорид</i> .....	49	аналітичні.....	101
<i>Поліетилен</i> .....	48	газові.....	108
<i>Поліметилметакрилат</i> .....	51	гідростатичні .....	107
<i>Поліпропілен</i> .....	49	двопризменні .....	99
<i>Полістирол</i> .....	51	квадрантні .....	См. двопризменні
<i>Порцеляна</i> .....	См. Фарфор	технохімічні.....	97
<i>Посудина Дьюара</i> .....	177	торзійонні.....	110
<i>Промивалка</i> .....	72	<i>Термістор</i> .....	150
<i>Реактив</i> .....	11	<i>Термометр</i>	
технічний.....	11	Аншютца.....	142
хімічно чистий .....	12	біметалевий.....	138
чистий.....	12	газовий .....	146
чистий для аналізу.....	12	контактний.....	156
<i>Реометр</i>		манометричний .....	147
газовий.....	261	опору .....	148
діафрагмовий .....	261	рідинний.....	139
капілярний.....	262	<i>Термопара</i> .....	151
рідинний .....	202	<i>Тигель</i> .....	81
<i>Реторта</i> .....	69	<i>Тиск</i> .....	255
<i>Розчин</i> .....	219	<i>Фарфор</i> .....	40
<i>Розчинність</i> .....	220	<i>Фільтрувальний папір</i> .....	54
<i>Ротаметр</i>		<i>Фільтрування</i> .....	233
газовий.....	263	за нагрівання.....	239
рідинний .....	202	звичайне .....	233
<i>Світлочутливість</i> .....	14	під зниженим тиском.....	237
<i>Скловуглець</i> .....	44	<i>Фторопласт-3</i> .....	47
<i>Склянка</i> .....	70	<i>Фторопласт-4</i> .....	47
Дрекселя .....	71	<i>Холодильник</i> .....	76
Салюцо-Вульфа .....	72	Дімрота.....	78
Тищенко.....	72	кульковий Аліна.....	77
<i>Срібло</i> .....	52	прямоточний Вейгеля-Лібіха..	76
<i>Стовпчик Фрезеніуса</i> .....	253	<i>Чашка для випарювання</i> .....	79
<i>Ступка</i> .....	78	Платинові.....	80
<i>Суміші миючі</i> .....	90	Порцелянові.....	79
Комаровського.....	91	Скляні чашки Петрі .....	81
Перманганатна.....	91	<i>Човник</i> .....	81
хромова.....	90	<i>Шамот</i> .....	42
<i>Температура</i> .....	133	<i>Шліфи скляні</i> .....	82
<i>Теплочутливість</i> .....	14	<i>Шпатель</i> .....	81

## ДОДАТОК А. ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Всі лабораторні роботи починаються з допуску до лабораторної роботи та проходження вступного інструктажу з техніки безпеки, після чого кожна бригада студентів одержує завдання. Кожен студент повинен під час виконання роботи вести власний лабораторний журнал, в який заноситься *уся* поточна інформація, починаючи з дати виконання, назви лабораторної роботи, кліматичних умов в лабораторії (температура, вологість, тиск), завдання для виконання (*має бути обов'язково підписане викладачем*). Усі дані заносяться в журнал розбірливо, величини мають бути пояснені, завжди необхідно виписувати літературу, з якої отримують певні величини – це привчає до порядку в лабораторії та дозволяє виключити помилки під час оформлення завершеної роботи. Результати вимірювань, а також довідникові та вихідні дані зводять у таблиці для полегшення сприйняття. Графіки будують на міліметровому папері з точним позначенням величин та одиниць їх вимірювання на осях координат, наводять ціну поділки на осях. Також в лабораторному журналі наводять тип та марку приладів, на яких проводились вимірювання. Отримані результати студенти мають обов'язково продемонструвати викладачу, який має їх підписати.

Наприкінці лабораторного заняття студенти повинні здати викладачу на перевірку повністю оформлені протоколи, які мають містити наступні структурні елементи:

- титульний аркуш;
- назва лабораторної роботи;
- мета роботи;

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

Оформлювати протоколи виконаних робіт необхідно у відповідності до вимог ДСТУ 3008:2015 «Інформація та документація. Звіти у сфері науки і техніки. Структура та правила оформлення».

## ДОДАТОК Б. ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Звіт з лабораторних робіт виконують рукописним способом на одному боці аркуша білого паперу формату А4 (210×297 мм) до тридцяти рядків на сторінці. Мінімальна висота літер 1,8 мм. Текст роботи наводять, залишаючи поля таких розмірів: ліве – не менше ніж 25 мм, праве – не менше ніж 10 мм, верхнє – 20 мм, нижнє – 20 мм. Щільність тексту повинна бути однаковою.

Помилки, описки і графічні неточності можна виправляти підчищенням або зафарбуванням білою фарбою і нанесенням на тому ж місці або між рядками виправленого тексту (фрагменту малюнка).

Нумерацію сторінок, розділів, підрозділів, пунктів, підпунктів, рисунків, таблиць, формул подають арабськими цифрами без знака №.

Першою сторінкою звіту є титульний аркуш, який включають до загальної нумерації сторінок. На титульному аркуші номер сторінки не ставлять, на наступних сторінках номер проставляють у правому верхньому куті сторінки без крапки в кінці.

Рисунки і таблиці необхідно подавати в роботі безпосередньо після тексту, де вони згадані вперше, або на наступній сторінці. Ілюстрації позначають словом “Рис.” “Мал.” і нумерують послідовно в межах розділу, за винятком ілюстрацій, поданих у додатках. Номер ілюстрації повинен складатися з номера розділу і порядкового номера ілюстрації, між якими ставиться крапка.

*Наприклад: Рис. 1.2 (другий рисунок першого розділу).*

Номер ілюстрації, її назва і пояснювальні підписи розміщують послідовно під ілюстрацією. Якщо в роботі подано одну ілюстрацію, то її нумерують за загальними правилами.

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

Назви ілюстрацій розміщують після їхніх номерів. За необхідності ілюстрації доповнюють пояснювальними даними (підрисунковий підпис).

Підпис під ілюстрацією зазвичай має чотири основних елементи:

- найменування графічного сюжету, що позначається скороченим словом “Рис.”;
- порядковий номер ілюстрації, який вказується без знаку номера арабськими цифрами;
- тематичний заголовок ілюстрації, що містить текст із якомога стислою характеристикою зображеного;
- експлікацію, яка будується так: деталі сюжету позначають цифрами, які виносять у підпис, супроводжуючи їх текстом. Треба зазначити, що експлікація не замінює загального найменування сюжету, а лише пояснює його.

**Приклад:** Рис. 1.24. Схема розміщення елементів касети:

1 – розмотувач плівки;





на наступну сторінку, то назву вміщують тільки над її першою частиною. Таблицю з великою кількістю граф можна ділити на частини і розміщувати одну частину під іншою в межах однієї сторінки. Якщо рядки або графи таблиці виходять за формат сторінки, то в першому випадку в кожній частині таблиці повторюють її головку, в другому – боковик.

За використання формул необхідно дотримуватися певних правил. Найбільші, а також довгі і громіздкі формули, котрі мають у складі знаки суми, добутку, диференціювання, інтегрування, розміщують на окремих рядках. Це стосується також і всіх нумерованих формул. Для економії місця кілька коротких однотипних формул, відокремлених від тексту, можна подати в одному рядку, а не одну під одною. Невеликі і нескладні формули, що не мають самостійного значення, вписують всередині рядків тексту.

Пояснення значень символів і числових коефіцієнтів треба подавати безпосередньо під формулою в тій послідовності, в якій вони наведені у формулі. Значення кожного символу і числового коефіцієнта треба подавати з нового рядка. Перший рядок пояснення починають зі слова “де” без двокрапки.

Рівняння і формули треба виділяти з тексту вільними рядками. Вище і нижче кожної формули потрібно залишити не менше одного вільного рядка. Якщо рівняння не вміщується в один рядок, його слід перенести після знака рівності (=), або після знаків плюс (+), мінус (-), множення.

### ***Оформлення списку використаних джерел***

Список використаних джерел – елемент бібліографічного апарату, котрий містить бібліографічні описи використаних джерел. Бібліографічний опис складають безпосередньо за друкованим твором або виписують з каталогів і бібліографічних покажчиків. Джерела можна розміщувати одним із таких способів: у порядку появи посилань у тексті (найбільш зручний для користування і рекомендований для написання

дисертацій), в алфавітному порядку прізвищ перших авторів або заголовків, у хронологічному порядку. Відомості про джерела, включені до списку, необхідно давати відповідно до вимог міжнародних і державного стандартів з обов'язковим наведенням назв праць. Зокрема потрібну інформацію щодо згаданих вимог можна отримати з таких стандартів: ДСТУ ГОСТ 7.1:2006 “Система стандартів з інформації, бібліотечної та видавничої справи. Бібліографічний запис. Бібліографічний опис. Загальні вимоги та правила складання (ГОСТ 7.1-2003, IDT)”, ДСТУ ГОСТ 7.80:2007 Система стандартів з інформації, бібліотечної та видавничої справи. Бібліографічний запис. Бібліографічний опис. Заголовок. Загальні вимоги та правила складання (ГОСТ 7.80-2000, IDT); ДСТУ 6095:2009 Система стандартів з інформації, бібліотечної та видавничої справи. Правила скорочення заголовків і слів у заголовках публікацій (ГОСТ 7.88-2003, MOD); ДСТУ 3582:2013 Інформація та документація. Бібліографічний опис. Скорочення слів і словосполучень в українській мові. Загальні вимоги та правила (ISO 4:1984, NEQ; ISO 832:1994, NEQ).