

1. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ.

ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

1.1. Общие правила работы в химической лаборатории

Проведение химического эксперимента связано с повышенной опасностью, поэтому работать в химической лаборатории можно только после предварительной подготовки. Прежде чем приступить к лабораторному практикуму, необходимо ознакомиться с оборудованием химической лаборатории, химической посудой, приборами, техникой химического эксперимента, а также с правилами техники безопасности.

К выполнению лабораторной работы допускаются студенты, которые заранее ознакомились с описанием предстоящей работы и ответили на контрольные вопросы; по учебникам, конспекту лекций и справочным пособиям изучили теоретический материал по соответствующей теме; произвели необходимые расчеты, оформили рабочий журнал.

Для рабочего журнала можно использовать общую тетрадь. На обложке журнала студент записывает свою фамилию и номер группы. Страницы журнала с правой стороны должны иметь поля шириной 3 – 4 см для замечаний преподавателя. В журнале обязательно указывается номер работы и ее название, а также дата выполнения работы.

Рабочий журнал должен содержать два основных раздела. Первый раздел заполняется дома и отражает подготовленность студента к занятию. Этот раздел содержит:

1. цель работы;
2. исходные данные (используемые материалы, оборудование, приборы, установки, и т.д.);
3. рисунки и схемы используемых приборов;
4. уравнения всех химических реакций;
5. расчеты исходных количеств веществ и теоретического выхода (по необходимости);
6. план работы – перечень последовательных операций с указанием условий и количеств реагирующих веществ.

Второй раздел журнала является отчетом о проделанной работе. Этот раздел содержит:

1. результаты взвешивания и измерения объема;
2. наблюдения (изменения окраски, выделение газа, выпадение или растворение осадка с указанием его цвета);
3. расчет практического выхода в процентах (по необходимости);
4. краткие выводы, объяснение наблюдаемых явлений и ответы на контрольные вопросы.

Опыты и синтезы проводятся в студенческой химической лаборатории, оборудованной лабораторными столами и вытяжными шкафами. На весь период практикума студенту отводится постоянное рабочее место, которое он поддерживает в

чистоте и порядке. На рабочем столе могут находиться только те предметы, которые требуются для выполнения текущей работы.

К работе в химической лаборатории допускаются студенты, прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, что оформляется соответствующей записью в специальном журнале и закрепляется подписями студентов и лиц, проводивших инструктаж.

При работе в химической лаборатории необходимо придерживаться следующих правил:

1. В химическую лабораторию не разрешается входить без преподавателя или лаборанта, а также в верхней одежде.

2. Работать в лаборатории разрешается только в рабочем халате из хлопковой или хлопчатобумажной ткани (но не из синтетики!). Рабочий халат должен быть по длине ниже колен и застегиваться спереди. В кармане халата должно быть маленькое чистое сухое полотенце или платок для быстрого удаления попавших на кожу твердых или жидких реагентов. При работе с особо опасными веществами дополнительно надевают длинный фартук из поливинилхлорида и нарукавники. При необходимости для защиты лица и глаз используют защитные маски и защитные очки, для защиты рук – специальные защитные перчатки, а для защиты дыхательных путей – респираторы.

Волосы должны быть тщательно убраны (используют шапочку или платок) или закреплены и не свисать по сторонам. Не рекомендуется приходить в лабораторию в легко воспламеняющей одежде из синтетики.

3. В химической лаборатории запрещается принимать пищу и хранить продукты.

4. При работе в лаборатории должны находиться не менее двух человек. Категорически запрещается работа студентов в отсутствии преподавателя или лаборанта.

5. Все работы, за небольшим исключением, выполняются студентом индивидуально.

6. Нельзя проводить в лаборатории какие-либо работы, не связанные непосредственно с выполнением учебных заданий.

7. При работе следует соблюдать тишину, экономить реактивы, электроэнергию, бережно относиться к оборудованию, мебели, посуде. Нельзя оставлять без присмотра работающие установки, включенные электронагревательные приборы, спиртовки.

8. Запрещается бросать в раковину твердые предметы, бумагу, битое стекло, посуду, железо, цинк и т.п.

9. После окончания лабораторной работы студент обязан вымыть химическую посуду, выключить нагревательные приборы, привести рабочее место в порядок. Лабораторию можно покидать после выполнения работы с разрешения лаборанта или преподавателя. Перед уходом рекомендуется вымыть руки с мылом.

Помните, что не каждое нарушение инструкции влечет за собой несчастный случай. Однако мелкие нарушения быстро входят в привычку и объективно спо-

способствуют росту травматизма. Умение работать без травм и аварий – один из основных критериев при определении профессиональной квалификации любого специалиста.

1.2. Правила безопасности при работе в лаборатории

1. Работа в химической лаборатории должна быть предварительно спланирована студентом и одобрена преподавателем. Любое действие (особенно выполняемое впервые) обязательно согласуйте с преподавателем или лаборантом.

2. Проверьте наличие необходимого оборудования и реактивов для выполнения работы или опыта.

3. При выполнении работы точно соблюдайте порядок и последовательность операций, указанных в руководстве.

4. Не рекомендуется без необходимости покидать свое рабочее место.

5. Эксперименты проводите в защитных очках или маске.

6. Все опыты с ядовитыми, едкими, пахучими веществами выполняйте только в вытяжном шкафу.

7. С едкими веществами работайте в очках (маске) и защитных перчатках.

8. Выделяющиеся при реакции газы и пары не нюхайте и не вдыхайте.

9. Концентрированные растворы (в первую очередь кислот) при разбавлении водой всегда приливайте к воде, а не наоборот.

10. Химические реактивы берите шпателем, ложечкой или пинцетом (но не руками!).

11. При отборе жидкостей пипетками пользуйтесь специальными грушами.

12. Все необходимые для работы вещества и растворы готовьте до начала эксперимента.

13. Перед проведением опыта или синтеза проверяйте работу оборудования.

14. К синтезу приступайте только после одобрения преподавателем качества сборки прибора и проверки правильности подготовки исходных реагентов.

15. При проведении синтеза не оставляйте прибор без присмотра.

16. Все химические опыты и синтезы выполняйте стоя, не сидите возле работающего прибора.

17. При нагревании пробирок не направляйте отверстие пробирки на себя или соседа.

18. Не наклоняйтесь над приборами, в которых идет синтез, упаривание, сплавление, фильтрование под пониженным давлением и т.п.

19. Опасные продукты реакции сливайте только в соответствующие банки в вытяжном шкафу или нейтрализуйте.

20. Незрасходованные реактивы ни в коем случае не высыпайте (не выливайте) обратно в материальные склянки, а сдавайте лаборанту.

Выполнение этих несложных правил должно вас обезопасить, но если несчастный случай все же произошел, то необходимо уметь оказать первую помощь, а затем обратиться к врачу.

1.3. Химические и термические ожоги. Правила безопасности при работе с концентрированными кислотами и щелочами

1. Все работы с концентрированными кислотами и щелочами проводите в вытяжном шкафу с использованием защитных приспособлений (защитные очки, маска, защитный щиток, перчатки).

2. Если в ходе работы разлили кислоту, то место разлива вначале засыпьте песком, чтобы песок впитал кислоту. Затем уберите песок. После этого место, где была разлита кислота, засыпьте гидроксидом кальция или карбонатом натрия, а после замойте водой и протрите насухо.

3. Если в ходе работы разлили концентрированный раствор щелочи, то место разлива засыпьте песком или древесными опилками. Облитое место после удаления впитывающего вещества обмойте слабым раствором уксусной кислоты.

4. Не растворяйте сухие щелочи при нагревании, так как их растворение идет с выделением большого количества тепла, а при нагревании раствор может разбрызгаться из сосуда.

5. При разбавлении концентрированных кислот (особенно серной) нужно вливать их тонкой струйкой в воду, а олеум – в раствор серной кислоты, то есть более тяжелую жидкость к более легкой для эффективного их перемешивания – тогда не происходит местных перегревов, чреватых выбросом жидкости из сосуда.

6. По окончании работы остатки кислот слейте в специальные емкости (не в раковину!).

Оказание первой медицинской помощи при химических ожогах кожи. При химических ожогах кожи пораженное место промойте обильным количеством воды из-под крана в течение длительного времени – не менее 15 минут. После этого обработайте обожженный участок кожи при ожогах щелочами – 2%-ным раствором уксусной или лимонной кислоты; при ожогах кислотами – 2 – 3%-ным раствором гидрокарбоната натрия.

Синтетическая одежда может растворяться в некоторых агрессивных веществах, например в серной кислоте. При смывании водой полимер коагулирует и покрывает кожу липкой пленкой. В этом случае промывание водой не достигнет цели. При попадании на кожу концентрированной серной кислоты сначала удалите ее с кожи сухой хлопчатобумажной тканью и лишь затем промойте сильной струей воды.

Ожоги от брома промойте 3%-ным раствором тиосульфата натрия или соды.

Оказание первой медицинской помощи при ожогах глаз. При проведении любых операций, связанных с опасностью повреждения глаз, запрещается работать без защитных очков или маски! Нужно помнить, что даже самые легкие повреждения глаз могут снизить сопротивляемость роговицы и привести к частичной потере зрения, или к полной слепоте. Ожоги глаз возможны по многим причинам: при неаккуратной работе, при сплавлении металлов, от брызг при выпаривании веществ и перемешивании прокаливаемых солей, при нагревании различных жидкостей, разбавлении кислот и т.п.

Ожоги глаз могут быть вызваны вредными примесями в воздухе в виде паров, аэрозолей, органическими растворителями, растворами кислот, щелочей и другими химическими веществами, например, свинцом, ртутью, оксидом углерода (II), дисульфидом углерода, аммиаком, пероксидом водорода.

Особенно опасны поражения глаз щелочами, потому что щелочи быстро вступают во взаимодействие с тканями глаза, проникая в его глубокие слои. Чрезвычайно опасно попадание в глаза концентрированных и горячих растворов щелочей. Поражение глаз щелочью требует продолжительного лечения и очень часто заканчивается потерей зрения.

При ожогах глаз многократно промойте их струей воды при комнатной температуре. Для этого в случае необходимости откройте глаза чистыми руками. Промывайте так, чтобы вода стекала от носа наружу. Не применяйте никаких нейтрализующих жидкостей. При поражении глаз химическими веществами после тщательного промывания немедленно обратитесь к врачу.

Оказание первой медицинской помощи при ожогах рта и желудка. При химических ожогах рта и желудка выпейте большое количество воды. При попадании кислоты выпейте взвесь мела, а при попадании щелочей – разбавленный раствор пищевого уксуса (не эссенции) или лимонной кислоты.

Термические ожоги. По степени тяжести термические ожоги принято условно подразделять на четыре группы:

I степень – эритема (покраснение) кожи;

II степень – образование пузырей;

III степень – омертвение поверхностных участков кожи;

IV степень – омертвение глубже лежащих тканей.

Ожоги I степени опасны при поражении более 50% поверхности тела, ожоги II степени приводят к развитию ожогового шока при поражении 25 – 30% поверхности, ожоги III степени – менее 25% поверхности.

Оказание первой медицинской помощи при термических ожогах кожи. Задача первой помощи при тяжелых термических ожогах заключается в борьбе с болью и предотвращении травмирования, раздражения и загрязнения обожженных участков. При термических ожогах (кроме ограниченных ожогов I степени) следует вызвать врача или немедленно доставить пострадавшего в ближайшее лечебное учреждение. До оказания медицинской помощи необходимо осторожно обнажить обожженный участок и закрыть его сухой асептической повязкой. С обожженного участка нельзя снимать прилипшие остатки обгоревшей одежды и вообще как-либо очищать его. Не обрабатывайте место ожога мазями и маслами. Не вскрывайте пузыри. Действенным средством обезболивания при ожогах служит применение сухого холода (лед, снег, холодная вода в полиэтиленовом мешке) поверх повязки. Охлаждение одновременно уменьшит отек и воспалительные процессы в обожженных тканях.

Если ожог слабый и на очень небольшом участке (ожог I степени) наложите повязку из спиртового раствора танина или смочите обожженное место раствором

перманганата калия. Можно смазать пораженный участок мазью от ожогов, вазелином или раствором гидрокарбоната натрия и перевязать бинтом.

1.4. Работа с ядовитыми и вредными веществами

При работе в химической лаборатории нужно исходить из того, что все реактивы в той или иной степени ядовиты, и надо предотвращать возможность их проникновения в организм через пищеварительные органы, органы дыхания или кожу. Даже через неповрежденную кожу могут проникать твердые вещества, особенно, если они находятся в пылеобразном состоянии.

Все химические соединения по характеру их действия на организм человека классифицируют на следующие группы:

1. вызывающие ожоги или раздражение кожных покровов и слизистых оболочек (например, концентрированные кислоты, щелочи, гашеная известь, аммиак);
2. раздражающие органы дыхания (например, хлор, аммиак, оксиды серы);
3. поражающие кроветворные органы или вступающие в реакцию с составными частями крови (например, циановодородная кислота и ее соли, бензол и его гомологи, свинец, оксид углерода (II), оксид мышьяка (III) и т.п.);
4. действующие преимущественно на нервную систему (например, сероводород, дисульфид углерода, бензол, свинец, метиловый спирт).

При работе с ядовитыми и вредными веществами необходимо соблюдать следующие правила безопасности:

1. Все работы с ядовитыми, вредными веществами проводите только в вытяжном шкафу, поднимая окно шкафа на удобную для работы высоту, но не более чем на одну треть.
2. Нюхайте вещества осторожно, не вдыхая их глубоко и не наклоняясь над сосудом, а только направляя к себе пары или газ движением руки.
3. Запрещается засасывание жидкости в пипетки ртом. Для этой цели используйте резиновую грушу.
4. Работы с едкими жидкостями выполняйте в резиновых перчатках и защитных очках или маске.
5. Запрещается пробовать что-либо на вкус, а также пользоваться для питья какой-либо химической посудой.
6. Не выливайте в канализационную систему хромовую смесь, растворы с сероводородом и подобные им, а собирайте их в специальную посуду. Остатки опасных веществ (ртути, фосфора и т.п.) не выбрасывать в раковины или мусорные ящики, а сдавайте лаборанту.
7. Все пролитое и разбитое или просыпанное на столах или на полу сразу убирайте. При сборе пролитой жидкости для впитывания используйте песок или сухие древесные опилки.

Оказание первой медицинской помощи при отравлении ядами. При отравлении ядами выпейте насыщенный раствор поваренной соли. Вызовите сильную рвоту, чтобы удалить яд из желудка. Обратитесь к врачу.

Оказание первой медицинской помощи при отравлении газами и парами. При отравлении газами и парами вредных веществ вынесите пострадавшего на свежий

воздух из зоны отравления и создайте покой. Если необходимо проведите искусственное дыхание и массаж сердца. Внимание! Проводящий искусственное дыхание должен стараться не вдыхать ядовитый газ.

1.5. Правила безопасности при работе с пожароопасными и взрывоопасными веществами

При работе с пожароопасными и взрывоопасными веществами необходимо соблюдать следующие правила безопасности:

1. Строго запрещается проводить работы с легко воспламеняющимися веществами вблизи огня. Особенно осторожно нужно работать с растворителями, которые имеют низкую температуру воспламенения и загораются даже от соприкосновения с горячей поверхностью плитки или нагретыми кольцами водяной бани. К пожароопасным веществам относятся, прежде всего, органические растворители. По возможности из них для работы выбирают негорючие (тетрахлорид углерода, дихлорэтан, хлороформ), учитывая, однако, их токсичность.

2. При работе с огнеопасными и взрывоопасными веществами не рекомендуется носить одежду из синтетических материалов. При загорании эти материалы плавятся, значительно повышая степень ожоговых поражений.

3. При работе с органическими растворителями следите, чтобы они не попадали на одежду или халат. Пропитанная растворителем одежда при воспламенении за несколько секунд может вызвать тяжелые и даже смертельные ожоги.

4. Будьте осторожны при высушивании огнеопасных и взрывоопасных веществ. Лучше всего ограничиться высушиванием между листками фильтровальной бумаги на воздухе.

5. Нельзя вещества, являющиеся окислителями, нагревать, растирать, толочь или просто неосторожно смешивать с веществами-восстановителями, так как это может привести к возгоранию или взрыву.

6. Перед использованием сушильного шкафа убедитесь в его исправности и правильности показания термометра. Температуру установите с учетом свойств высушиваемого вещества. Другие вещества в это время не должны находиться в сушильном шкафу.

7. Не выливайте легковоспламеняющиеся и горючие вещества в канализацию, а собирайте в герметически закрывающуюся тару.

8. Если случайно прольется легковоспламеняющаяся жидкость, необходимо:

- немедленно погасить в лаборатории все горелки и выключить электрические нагреватели;
- закрыть двери, открыть все окна и форточки;
- при уборке использовать защитные очки и перчатки;
- собрать пролитую жидкость тряпкой, тряпку выжать над широким сосудом, затем вещество перелить в склянку с пробкой;
- проветривание закончить после полного исчезновения запаха пролитой в лаборатории жидкости.

9. Не загромождайте коридоры и проходы лаборатории, а также проходы к средствам пожаротушения, не сушите какие-либо предметы на отопительных

приборах; не оставляйте на рабочем месте промасленные тряпки, бумагу; не храните в лаборатории вещества неизвестного происхождения и без этикеток.

1.6. Правила и средства ликвидации пожаров в химической лаборатории

К основным правилам ликвидации пожаров в химической лаборатории относятся следующие:

1. Немедленно сообщите по телефону 01 пожарному посту (команде) о загорании или включите пожарную сигнализацию.
2. Перекройте магистральные вентили, краны газовой сети, вентиляции, обеспечьте электропроводку.
3. Удалите из лаборатории в безопасное место все огне- и взрывоопасные вещества.
4. Воспользуйтесь средствами ликвидации пожаров в химической лаборатории для тушения пожара. К ним относятся: вода, огнетушители, асбестовые одеяла, ящики с сухим песком. При выборе средств ликвидации пожаров необходимо учитывать химические превращения, которые могут произойти в условиях повышенной температуры.

Специфика тушения водой. Для ликвидации небольших очагов пламени чаще берут воду из водопроводного крана. При тушении пожара воду направляют на поверхность горящих веществ, вследствие чего их температура резко понижается до границы, при которой они не воспламеняются. Образующийся при этом водяной пар препятствует доступу кислорода к зоне горения.

Однако воду нельзя использовать для тушения горящего электрооборудования, находящегося под напряжением; горящих веществ, вступающих с водой в реакцию с выделением тепла или образованием опасных соединений (например, металлический натрий, калий, магний и его сплавы, алюминий в порошке или стружке, карбид кальция и т.п.), а также горящих углеводородов и других не смешивающихся с водой жидкостей, плотность которых меньше единицы, так как при этом они всплывают, и площадь пожара значительно увеличивается.

Во всех случаях, когда процесс горения не может протекать без доступа воздуха, и площадь горения невелика, ее засыпают песком или плотно накрывают асбестовым одеялом. Асбестовое одеяло используют и при загорании одежды. Часто пострадавший пытается бежать, его нужно остановить, и набросить на него асбестовое одеяло или кошму из плотной ткани.

Огнетушители. Наиболее эффективны, особенно при больших очагах пожара, огнетушители. Из них чаще используются углекислотные (марки ОУ-2, ОУ-5, ОУ-8), которые заполняются сжиженным оксидом углерода (IV) под давлением 6 МПа. При повороте до отказа маховичка вентиля против часовой стрелки сжиженный диоксид углерода выбрасывается из баллона через раструб. На выходе за счет частичного испарения струя сильно охлаждается и поступает в зону горения в виде снегообразной массы. Огнетушащий эффект обусловлен прекращением доступа кислорода в зону горения и охлаждением горящего вещества ниже температуры воспламенения.

Однако они малоэффективны при гашении тлеющих материалов и, кроме того, их нельзя использовать при тушении горячей одежды на человеке (снегообразная масса диоксида углерода при попадании на кожу вызывает обморожение), а также при горении щелочных металлов, поскольку они реагируют с оксидом углерода (IV). Для подавления горения щелочных металлов используют порошковые огнетушители. Углекислотный огнетушитель должен быть в каждой специализированной химической лаборатории, независимо от наличия других средств огнетушения.

1.7. Поражение электрическим током

Основные меры предотвращения электротравм в лаборатории – защита от прикосновения к находящимся под напряжением частям электрооборудования и применение защитного заземления.

Действующие электронагревательные приборы нельзя оставлять без присмотра. При их включении соединительный шнур сначала присоединяется к прибору, а затем уже прибор включается в общую сеть. Выключение производится в обратном порядке. Если при работе на электроустановке почувствуете даже слабое ощущение действия тока, немедленно прекратите работу, выключите рубильник и сообщите преподавателю или лаборанту.

Оказание первой медицинской помощи при поражении электрическим током. При поражении электрическим током другого человека немедленно обесточьте линию, соблюдая меры предосторожности, чтобы самому не попасть под ток. При невозможности обесточить линию:

- а) если пострадавший поражен током через упавший на него провод, то встаньте на сухую доску и сухой палкой снимите с него провод.;
- б) если пострадавший взялся за токоведущие части и не может оторваться самостоятельно, то необходимо его оторвать, надев резиновые перчатки или накинув на него сухую одежду (несколько слоев), резину и т.п.

Вызовите врача, а до его прихода обеспечьте пострадавшему полный покой, тепло, теплое питье. Если пострадавший находится в бессознательном состоянии, то дайте ему понюхать раствор аммиака, обрызгивайте водой, растирайте и согревайте тело. Если дыхание и пульс у пострадавшего прерывисты или отсутствуют начните делать искусственное дыхание и массаж сердца и продолжайте до прихода врача.

Искусственное дыхание. Прежде, чем приступить к искусственному дыханию, быстро освободить пострадавшего от стесняющей одежды; если рот крепко стиснут, необходимо его раскрыть, вставив между коренными зубами дощечку, ручку ложки и т.п.

Наиболее эффективным способом искусственного дыхания признан метод «изо рта в нос» или «изо рта в рот», при котором оказывающий помощь производит выдох из своих легких в легкие пострадавшего непосредственно через рот или нос. Вдувание воздуха можно производить через марлю, носовой платок, салфетку и т.п. В одну минуту делают 10 – 12 вдуваний.

Наружный массаж сердца. Массаж сердца заключается в ритмичном надавливании на переднюю стенку грудной клетки. Определив положение нижней трети грудины, оказывающий помощь кладет на нее верхний край ладони разогнутой до отказа руки, а затем поверх первой руки кладет вторую и надавливает на грудную клетку пострадавшего, слегка помогая при этом наклоном своего корпуса. Надавливать на грудь следует примерно один раз в секунду быстрым толчком.

1.8. Оказание медицинской помощи при кровотечениях от порезов

Кровотечения бывают трех видов:

1. капиллярное;
2. венозное;
3. артериальное (кровь вытекает пульсирующей струей).

При капиллярном и венозном кровотечении края раны обработайте антисептиком (3%-ной перекисью водорода или 5%-ной настойкой йода) и закройте стерильным пластырем или бинтом. Нельзя промывать рану водой и накладывать вату. При артериальном кровотечении наложите жгут на конечность (его накладывают выше раны – по направлению к сердцу) с запиской о времени наложения жгута (максимальный срок, в течение которого жгут можно не снимать, в теплое время года 1,5 – 2 часа, в холодное – 1 час). Вызовите врача или доставьте пострадавшего в больницу!

1.9. Правила безопасности при работе с натрием

В лаборатории натрий хранят под слоем керосина (толщина слоя не менее 15 см). Работа с натрием должна проводиться в вытяжном шкафу вдали от источников воды и огня. Горение натрия прекращается при засыпании его мелким сухим кварцевым песком, порошком кальцинированной соды или поваренной соли.

При работе с ним всегда надо пользоваться защитными очками и резиновыми перчатками. Перед проведением химической реакции с натрием его вынимают сухим пинцетом из керосина, кладут на чистый лист бумаги, и, не торопясь, скальпелем или ножом нарезают нужное количество (кусочки натрия, используемые в работе, должны быть величиной не более горошины). Керосин с поверхности металла удаляют фильтровальной бумагой, натрий освобождают от поверхностной пленки и тотчас же используют для проведения реакции. Остатки металла кладут в керосин и сдают лаборанту.

Запрещается выбрасывать отходы металлического натрия в канализационную раковину, ведро и т.п. или накапливать остатки. Отходы натрия уничтожаются путем растворения небольшими порциями (до 2 г) в этиловом спирте. Полученный раствор сливают в канализацию.

1.10. Правила безопасности при работе с ртутью и ее соединениями

Пары ртути и соединения ртути ядовиты! В организм человека ртуть проникает, главным образом, через легкие, но может попадать через желудочно-кишечный тракт, кожу и слизистые оболочки. Большая часть ртути переходит в кровь и скапливается в печени, почках.

Острые отравления ртутью встречаются редко, большинство заболеваний – результат хронического отравления, которое проявляется в виде расстройства нерв-

ной системы, повышенной возбудимости, головной боли, дрожания рук и головы, быстрой утомляемости и, наконец, потери трудоспособности.

Все опыты со ртутью и ее соединениями проводите в вытяжном шкафу на эмалированных или пластмассовых поддонах.

По завершении эксперимента остатки ртути и неизрасходованные реагенты сдайте лаборанту, отходы ртути и ее соединений слейте в специальные банки на поддоне, руки вымойте с мылом. Не выбрасывайте или не сливайте ртуть и ее соединения в раковины.

Если разлили ртуть или разбили ртутный термометр, то оградите место разлива и обратитесь к лаборанту или преподавателю. Крупные капли ртути можно собрать при помощи полосок или кисточек из амальгамирующихся металлов: меди, латуни, белой жести. Перед употреблением их промывают ацетоном, затем погружают в разбавленную азотную кислоту, и, наконец, промывают водой. Мелкие капли ртути залейте концентрированным раствором хлорида железа (III) и оставьте стоять до полного растворения или засыпьте мелкоизмельченной серой.

2. ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

В химии при выполнении опытов и синтезов используется стеклянная и фарфоровая химическая посуда разного назначения.

2.1. Стеклянная химическая посуда

Химическая посуда тонко- и толстостенная изготавливается из стекла разных марок. Посуда из толстого стекла не выдерживает нагрева, нагревать можно только тонкостенную посуду, термостойкость которой зависит от состава стекла.

Основным требованием, предъявляемым к стеклянной посуде, является ее химическая и термическая устойчивость. Химическая устойчивость – это свойство стекла противостоять разрушающему действию кислот, щелочей и других веществ. Термическая устойчивость – это способность посуды выдерживать резкие колебания температуры.

Лучшим стеклом считается пирекс, потому что оно обладает термической и химической устойчивостью, имеет малый коэффициент расширения. Поэтому особо-термостойкие изделия (стаканы, реторты, пробирки) изготавливают из пирексового стекла. Пирексное стекло содержит 80% оксида кремния (IV). Температура его размягчения + 620 °С.

Для проведения опытов при высоких температурах используют кварцевую посуду. Кварцевое стекло содержит 99,95% оксида кремния (IV), температура его размягчения +1650 °С. Тонкое кварцевое стекло вследствие очень низкого коэффициента термического расширения выдерживает резкое охлаждение (даже водой!) с любой температуры.

Лабораторную посуду изготавливают в основном из стекла типов ТУ (термически устойчивое), ХУ-1 и ХУ-2 (химически устойчивое). Содержание оксида кремния (IV) в обычном лабораторном стекле составляет примерно 70%.

На рис. 1 представлена стеклянная химическая посуда, применяемая в лабораторной практике.

1. Пробирка химическая. Пробирки – это наиболее простая химическая посуда, которую используют для проведения в них качественных реакций, а также опытов с небольшим количеством реактивов. Объем реактива в пробирке не должен превышать половины объема пробирки. В химической лаборатории пробирки размещают в специальном штативе.

2. Стакан химический. Химические стаканы – это низкие или высокие цилиндры с носиком или без него, простые и калиброванные. Их используют для приготовления растворов и проведения химических реакций, как при комнатной температуре, так и при нагревании.

3. Колба плоскодонная. Используют для приготовления и хранения растворов.

4. Колба коническая (Эрленмейера). Используют при титровании.

5, 7, 8. Колбы круглодонные. Наиболее часто используют при проведении синтезов. Колбы могут изготавливаться с коротким и длинным горлом, одно-, двух- (7), трехгорлыми (8) и т.д.

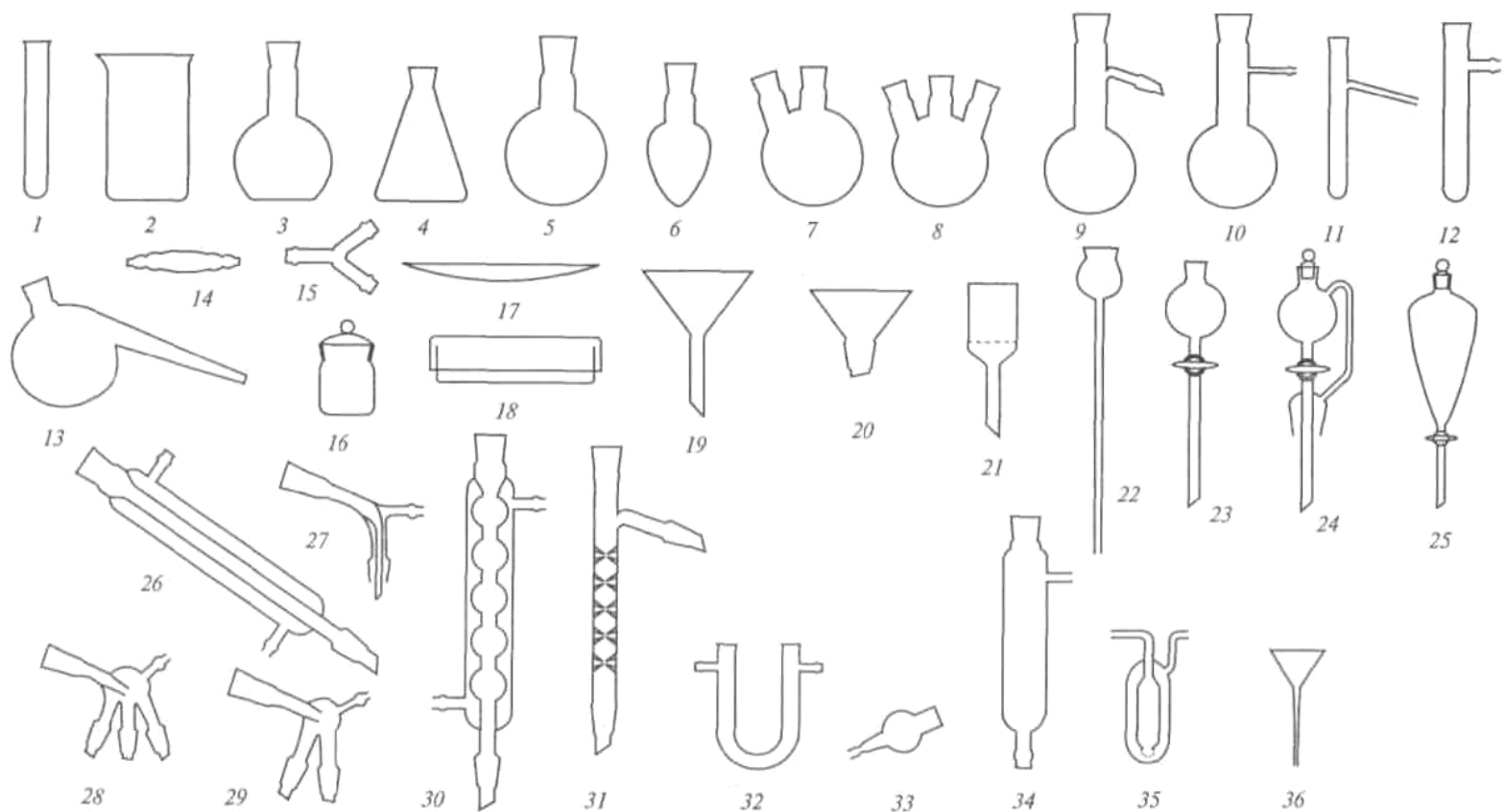


Рис. 1. Стекло́нная химическая посуда: 1 – пробирка; 2 – стакан химический; 3 – колба плоскодонная; 4 – колба коническая (Эрленмейера); 5 – колба круглодонная; 6 – колба Кляйзена; 7 – колба двугорлая; 8 – колба трехгорлая; 9, 10 – колбы Вюрца; 11, 12 – пробирки Вюрца; 13 – реторта; 14 – переходник; 15 – тройник; 16 – бюкс; 17 – часовое стекло; 18 – чашка Петри; 19 – воронка химическая; 20 – воронка для сыпучих веществ; 21 – воронка со стеклянным фильтрующим дном; 22 – воронка длинная; 23, 24 – капельные воронки; 25 – воронка делительная; 26 – холодильник Либиха; 27 – аллонж; 28, 29 – «пауки»; 30 – холодильник шариковый; 31 – дефлегматор; 32 – U-образная трубка; 33 – хлоркальциевая трубка; 34 – колонка осушительная; 35 – промывалка Мюнке; 36 – воронка Мюнке

6. Колба Кляйзена. Используют в качестве перегонной колбы и приемника при перегонке жидкостей.

9, 10. Колбы Вюрца. Используют в качестве перегонной (с изогнутым отводом 9) или реакционной колбы (с прямым коротким отводом 10).

11, 12. Пробирки Вюрца. Используют для микроперегонки.

13. Реторта. Используют при прокаливании веществ с одновременной отгонкой продуктов разложения (например, для получения азотной кислоты).

14, 15. Переходник и тройник. Используют для соединения резиновых шлангов.

16. Бюкс. Применяют для взвешивания агрессивных веществ и хранения небольших количеств реагентов.

17. Часовое стекло. В лабораторной практике часовые стекла универсальны – ими накрывают химические стаканы при проведении химических синтезов, на них помещают полученное при синтезе вещество для высушивания на воздухе, их используют в качестве тары при взвешивании небольших количеств неагрессивных веществ.

18. Чашка Петри. Используют для высушивания на воздухе или в эксикаторе веществ и фильтров с осадками.

19. Воронка химическая. Используют для фильтрования и переливания жидкостей.

20. Воронка с широким горлом. Используют для загрузки сыпучих веществ.

21. Воронка со стеклянным фильтрующим дном. Используют для фильтрования при пониженном давлении. Воронку со стеклянным фильтрующим дном также называют «стеклянным пористым фильтром» или просто «стеклянным фильтром».

22. Воронка длинная. Используют в опытах по получению водорода.

23, 24. Капельные воронки. Используют для дозируемой, по каплям, подачи реагентов в реакционную смесь. Для выравнивания давлений в реакционной колбе и в капельной воронке 24 пространство над краном воронки соединяется трубкой с пространством под краном. Воронка в этом случае закрывается сверху пробкой.

25. Воронка делительная. Используют для разделения несмешивающихся жидкостей.

26. Холодильник Либиха – прибор для охлаждения и конденсации паров, образующихся при нагревании и кипячении жидкостей. Состоит из холодильной трубки и муфты, прочно соединенной с холодильной трубкой, которая имеет на противоположных концах по отводу: один для впуска воды, другой для выхода. Холодильник Либиха в зависимости от расположения в приборе может выполнять функции как прямого или прямоточного холодильника (пар поступает с одной стороны холодильника, а жидкость вытекает с другой), так и обратного холодильника (жидкость стекает обратно в колбу). Используют при перегонке, экстракции и при проведении других процессов.

27. Аллонж – переход между холодильником и приемником. Используют в качестве соединительного элемента в установке по перегонке веществ. К аллонжу

присоединяется хлоркальцевая трубка, при перегонке в вакууме – водоструйный насос.

28, 29. «Пауки» – аллонжи с несколькими выходами для одновременного присоединения нескольких приемников. Используют в качестве соединительных элементов в установках по перегонке веществ.

30. Холодильник шариковый. Используют при перегонке в качестве обратного холодильника.

31. Дефлегматор. Используют в качестве насадки при фракционной перегонке жидкостей. Действие дефлегматоров состоит в том, что в них при неполном охлаждении пара кипящего раствора происходит частичная конденсация пара более высококипящей жидкости. Образовавшийся промежуточный конденсат называют флегмой. Флегма стекает обратно в колбу, а пар обогащается компонентом с более низкой температурой кипения и попадает в холодильник, где подвергается уже полной конденсации.

32. U-образная трубка. Используют для осушки газов и очистке от примесей с помощью твердого реагента.

33. Хлоркальцевая трубка. Используют для изоляции реакционной смеси от воздействия атмосферной влаги и оксида углерода (IV). Хлоркальцевая трубка заполняется твердым поглотителем.

34. Осушительная колонка. Используют для осушки газов и очистке от примесей с помощью твердого реагента.

35. Промывалка Мюнке – склянка для очистки газов от примесей жидким поглотителем.

36. Воронка Мюнке. Используют для заполнения промывалки Мюнке.

Для изготовления массивных и прочных изделий используют толстое стекло. Примеры таких приборов, используемых в лабораторной практике, представлены на рис. 2.

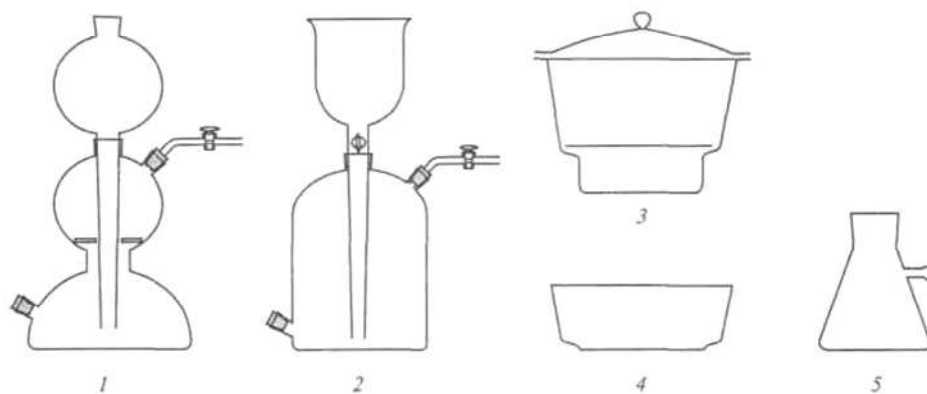


Рис. 2. Стекланные лабораторные приборы: 1 – аппарат Киппа; 2 – газометр; 3 – эксикатор; 4 – кристаллизатор; 5 – колба Бунзена

1. Аппарат Киппа. Используют для получения устойчивого тока газа в течение длительного времени.

2. Газометр. Используют для сбора и хранения газа.

3. Эксикатор. Используют для высушивания веществ при комнатной температуре с использованием различных осушительных средств.

4. Кристаллизатор. Используют для охлаждения растворов и при сборе газов под водой.

5. Колба Бунзена. Используют в качестве приемных колб для фильтрата при фильтровании и под пониженным давлением.

6. Химические склянки, бутылки и т.д.

2.2. Фарфоровая посуда

Кроме стеклянной посуды в лаборатории используются керамические изделия ввиду их относительно высокой механической прочности и низкой химической активности. Из керамики (в частности фарфора) делают массивные кружки и стаканы, воронки Бюхнера, шпатели, ложечки, ступки, треугольники, чашки для упаривания, тигли, лодочки и другие изделия. На рис. 3 представлена фарфоровая посуда, применяемая в лабораторной практике.

1, 2. Кружка, стакан. Используют для приготовления и хранения хромовой смеси, хранения соды на мойке и т.д.

3. Ступка с пестиком. Используют для перетирания и измельчения не очень твердых веществ.

4. Тигель с крышкой. Используют для прокаливания веществ.

5. Лодочка. Используют при проведении синтезов в электрических печах, могут быть нагреты до 800 – 900 °С.

6. Чашка. Используют для выпаривания и упаривания растворов. Нагревать на открытом пламени не рекомендуется. Для упаривания помещают на водяную или песчаную баню.

7. Воронка Бюхнера. Используют при фильтровании при пониженном давлении с бумажным фильтром.

8, 9. Ложечка, шпатель. Используют для набора реактивов.

10. Треугольник. Используют для установки тиглей на кольцо штатива.

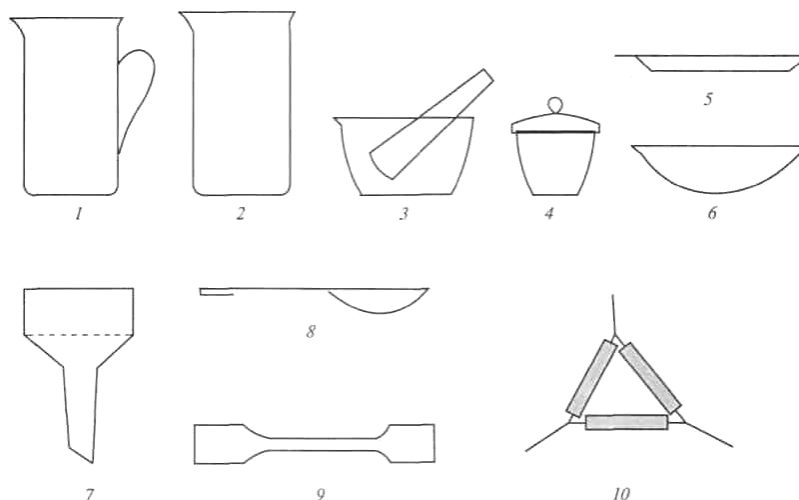


Рис. 3. Фарфоровая посуда: 1 – кружка; 2 – стакан; 3 – ступка с пестиком; 4 – тигель с крышкой; 5 – лодочка; 6 – чашка для упаривания; 7 – воронка Бюхнера; 8 – фарфоровая ложка; 9 – шпатель; 10 – треугольник

2.3. Мерная посуда

Для измерения объема жидкости и для приготовления растворов заданной концентрации используется мерная посуда различного назначения: мерный цилиндр, мерная пипетка, мерная колба (рис. 4). Мерная посуда откалибрована для 20 °С и ее нельзя нагревать. Уровень измеряемой жидкости определяется по нижнему мениску. Для заполнения пипеток используются пипетаторы (груши).

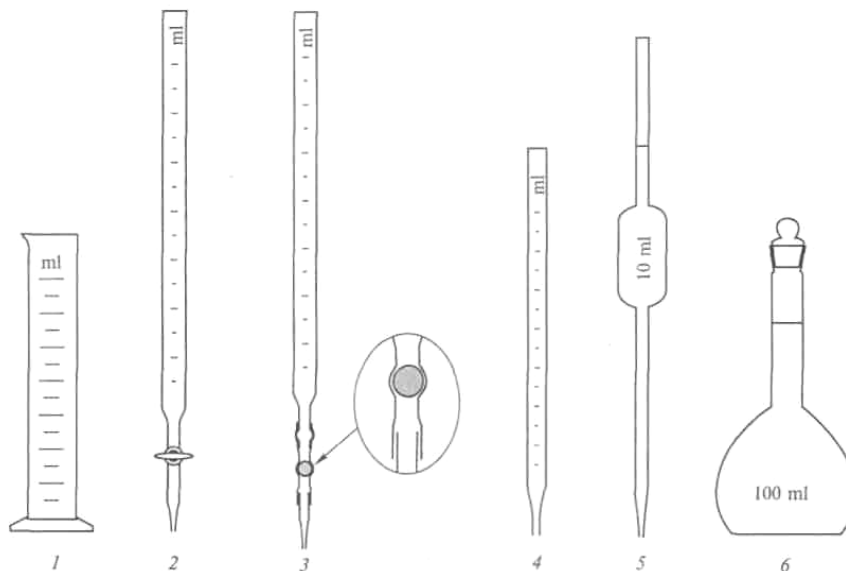


Рис. 4. Мерная посуда: 1 – мерный цилиндр; 2 – бюретка с краном; 3 – бюретка с шариком; 4 – пипетка градуированная; 5 – пипетка Мора; 6 – мерная колба

1. Мерный цилиндр. Используют для измерения относительно больших объемов жидкости (5 мл – 2 л). Точность измерения при этом не очень велика.

2, 3. Бюретки (со стеклянным краном 2 или шариком 3) позволяют выливать строго заданное количество жидкости с высокой точностью (0,1 – 0,01 мл). Используют при титровании.

4. Пипетка градуированная. Используют для отбора точного объема небольшого количества жидкости (0,1 – 20 мл).

5. Мерная пипетка (пипетка Мора) с кольцевой меткой. Используют для отбора строго заданного объема жидкости.

6. Мерная колба с кольцевой меткой. Мерная колба представляет собой плоскодонную колбу с длинным и узким горлом, на котором нанесена кольцевая метка, показывающая границу, до которой наливают жидкость. Используют для приготовления растворов точной концентрации.

В лабораторной практике используют посуду, изготовленную из полимерных материалов (полиэтилен, полипропилен, фторопласт и др.). При высокой химической устойчивости такая посуда обладает низкой термостойкостью, и поэтому ее используют в работах, не требующих нагревания. Из полиэтилена изготавливают воронки для жидких и сыпучих веществ, промывалки, капельницы, флаконы и банки для транспортировки и хранения химических реактивов.

Для закрепления посуды во время работы используют железные штативы с кольцами и лапками. Чтобы стеклянная посуда при нагревании не лопалась, ее устанавливают на асбестовые сетки.

2.4. Правила работы с химической посудой

Работа с посудой на шлифах. В лабораторной практике получила распространение стеклянная посуда с коническими и шаровыми соединениями (рис. 5) – шлифованными или мелированными.

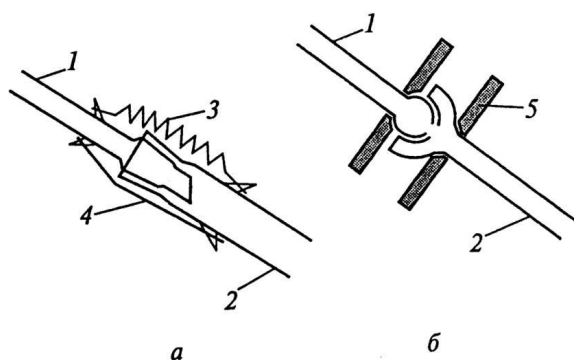


Рис. 5. Шлифованные соединения:

а) – конический шлиф;

б) – шаровый шлиф;

1 – керн; 2 – муфта; 3 – пружина;

4 – резиновое кольцо; 5 – зажим

Внешний шлиф (2) называют муфтой, а внутренний (1) – керном. При проведении лабораторных работ обычно используют посуду со стандартными коническими шлифованными соединениями (рис. 5, а) диаметром 14,5, 19 и 29 мм. Для фиксации конических шлифов используются пружинки (3) или резиновые колечки (4), которые крепятся за припаянные к трубкам «усики». При сборке приборов с такими шлифами необходимо проявлять особую осторожность, так как даже малейший перекос может привести к их повреждению.

Шаровые шлифованные соединения (рис. 5, б) позволяют изменять угол между фиксируемыми деталями без нарушения герметичности, не боятся перекосов, выдерживают большие нагрузки и находят применение в приборах, работающих под вакуумом. Для скрепления шаровых соединений используют специальные зажимы.

При сборке большинства приборов, за исключением вакуумных, шлифы не рекомендуется смазывать, если в методике не оговаривается способ смазки.

Предварительно шлифы должны быть тщательно очищены от загрязнений и старой смазки. Попадание твердых частиц в зазор шлифованного соединения уменьшает его герметичность и может привести к разрушению.

Для приборов, работающих под вакуумом, используется специальная вакуумная смазка, которую деревянной палочкой наносят двумя – тремя тонкими мазками на слегка подогретый керн. Затем керн вставляют в муфту, поворачивая его вокруг оси. Правильно смазанный шлиф должен быть прозрачным, а вакуумная смазка – не выступать из зазора.

Смазывание кранов капельных воронок. Краны капельных воронок обычно смазывают вакуумной смазкой. Возможно использование и других видов смазок. При работе с бромом для смазки крана используют концентрированную фосфорную кислоту, или оксид фосфора (V). После смазывания надо обязательно проследить, чтобы отверстие крана не забилося смазкой.

Очистка от вакуумной смазки. По окончании работы прибор разбирают, разъединяют шлифы и снимают смазку ватным тампоном, смоченным тетрахлоридом углерода (в вытяжном шкафу и в перчатках!). Горячие шлифованные соединения разбирают, не дожидаясь полного охлаждения, так как при охлаждении смазка сильно загустевает и схватывается. Поскольку смазка со временем полимеризует-

ся и загустевает, то не рекомендуется хранить в смазанном состоянии шлифованные соединения и краны, иначе их невозможно будет разобрать или повернуть. При хранении в собранном виде без смазки для предупреждения заклинивания между шлифами помещают полоски тонкой бумаги.

2.5. Мытье и сушка посуды

Химическую посуду после завершения опытов тщательно моют, сушат и убирают на место. Сначала посуду промывают водопроводной водой, если загрязнения не смываются, то загрязненные места посыпают кальцинированной содой и трут ершиком. Сода используется для удаления следов жиров, масел и для улучшения смачиваемости стекла.

Для отмыwania от загрязнений соединениями марганца используют кристаллическую щавелевую кислоту. Не рекомендуется применять абразивные материалы, так как они царапают и разрушают стекло.

Для очистки посуды от продуктов термического разложения органических веществ, удаления следов жиров и улучшения смачиваемости стекла можно использовать хромовую смесь, которую готовят в большой фарфоровой ступке: 10 г дихромата калия растирают в тонкий порошок, смачивают 3 – 5 мл воды и при перемешивании добавляют 100 мл 96%-ной серной кислоты. После этого отстоявшийся раствор переносят в толстостенную склянку с притертой пробкой или в фарфоровую кружку. После промывания посуды хромовую смесь сливают обратно в склянку (но не в раковину!). Хорошим средством для мытья посуды служит также спиртовой раствор щелочи.

После промывания с использованием химических реагентов посуду тщательно моют водопроводной водой и споласкивают два – три раза небольшими порциями дистиллированной воды.

Чистую посуду сушат в сушильном шкафу или на воздухе в перевернутом виде на деревянной или пластмассовой сушилке. Мерную посуду сушат только на воздухе без нагревания.

2.6. Химические реактивы

В лаборатории используются твердые и жидкие реактивы. Химические реактивы выпускаются и хранятся в стеклянных или пластмассовых банках с плотно закрывающимися крышками. Каждая банка снабжается этикеткой с названием вещества, его химической формулой и информацией о дате выпуска, сроке хранения и о классе чистоты реактива. На этикетке указывается также содержание основного вещества и основных примесей.

По степени чистоты, то есть по содержанию основного вещества и допустимых примесей, реактивы имеют соответствующую классификацию, представленную в табл. 1.

Три первые марки охватывают все реактивы общего назначения. Препараты более высокой чистоты применяются лишь для специальных работ, где иногда даже миллионные доли процента примесей являются недопустимыми. Ими пользуются в промышленности полупроводниковых материалов, радиоэлектронике, квантовой электронике.

При проведении большинства опытов и синтезов используются реактивы «ч.» и «ч.д.а.». Для технических целей, например, приготовления охлаждающих смесей или мытья посуды, рекомендуется брать наиболее дешевые реагенты.

Таблица 1

Классификация реактивов по степени чистоты

Марка реактива	Обозначение	Содержание примесей, в %	Область использования
Чистый	«ч.»	0,1	Лабораторные работы учебного и производственного характера
Чистый для анализа	«ч.д.а.»	0,1 – 0,01	Научно-исследовательские и аналитические работы
Химически чистый	«х.ч.»	$0,05 \cdot 10^{-5} - 10^{-6}$	Ответственные научно-исследовательские работы
Спектрально чистый	«с.ч.»	$5 \cdot 10^{-5}$	Специальные работы
Особой чистоты	«ос.ч.»	$10^{-4} - 10^{-9}$	
Высшей чистоты	«в.ч.»	10^{-7}	

При работе с химическими реактивами следует придерживаться следующих правил:

1. Твердые химические реактивы отбирайте из банок специальными шпателями (фарфоровыми, металлическими, стеклянными, пластмассовыми), фарфоровыми ложечками или пинцетом.

2. Работу с твердыми щелочами (измельчение, заполнение осушительных колонок) проводите только в защитных очках и перчатках. Щелочь берите шпателем или пинцетом. Такие же меры предосторожности соблюдают и при работе фосфорным ангидридом.

3. Для измельчения и смешения химических реактивов используйте ступки. Совместное перетирание веществ позволяет получать достаточно тонкие смеси реагентов. Запрещается совместно перетирать окислители и восстановители во избежание взрыва.

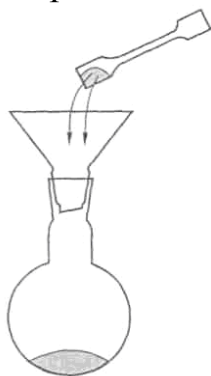


Рис. 6. Загрузка сыпучих веществ в колбу

4. Для загрузки твердых веществ в реакционные колбы используйте специальные воронки с широким горлом (рис. 6.).

5. Жидкости переливают через химические воронки. Склянку, из которой наливают жидкость, держат этикеткой к руке во избежание ее загрязнения и порчи.

6. Все склянки с растворами и сухими веществами держите закрытыми, открывайте их только во время использования.

7. Не путайте пробки от склянок, а также пипетки, для взятия реактивов.

8. Крышки и пробки от банок с реактивами кладут на стол в перевернутом виде.

9. Неизрасходованные реактивы ни в коем случае не высыпают (не выливают) обратно в банки, их надо сдавать лаборантам.

10. Просыпанные и пролитые реактивы сразу уберите, а стол вымойте и протрите.

11. Все синтезированные препараты сдают преподавателю.

12. При проведении качественных опытов сухое вещество берут в количестве, закрывающем дно пробирки, а раствор около 1 – 2 мл (рис. 7.).

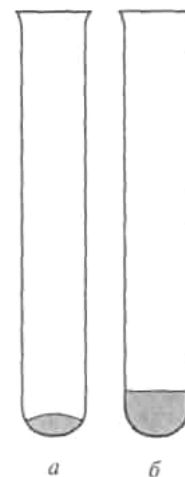


Рис. 7. Рекомендуемые количества реагентов для проведения качественных опытов: а) – твердое вещество; б) – раствор

3. ЛАБОРАТОРНЫЕ НАГРЕВАТЕЛЬНЫЕ ПРИБОРЫ

3.1. Спиртовые и газовые горелки

В химической лаборатории применяют различные нагревательные приборы: спиртовые и газовые горелки, электрические печи, бани, муфельные печи, колбо-нагреватели и т.д.

Спиртовые горелки обычно бывают стеклянные с притертым колпачком (рис. 8). В них наливают денатурированный спирт и снабжают фитилем из некрученных ниток. Спиртовые горелки дают не очень горячее пламя.

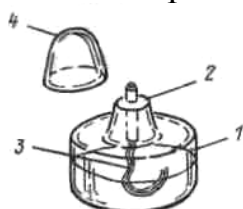


Рис. 8. Спиртовая горелка:

- 1 – резервуар;
- 2 – трубка с диском;
- 3 – фитиль; 4 – колпачок

Спиртовую горелку зажигают от горячей спички или лучины. Нельзя зажигать ее от другой горячей спиртовки. В лаборатории запрещается переносить спиртовую горелку в зажженном состоянии. Для регулирования величины пламени, необходимо погасить горелку и увеличить или уменьшить длину наружной части фитиля. После окончания работы горелку закрывают колпачком, чтобы спирт не испарялся.

При проведении опытов и синтезов в химической лаборатории используются газовые горелки Теклю, Бунзена и паяльные горелки.

Горелка Бунзена. Устройство горелки Бунзена схематически показано на рис. 9, б. Горелка Бунзена состоит из подставки, на которой находится боковой отвод для присоединения к газовому крану (1); трубки со сквозным отверстием внизу (6); вращающейся муфты с отверстием (5), которая надевается на трубку и служит для регулирования притока воздуха.

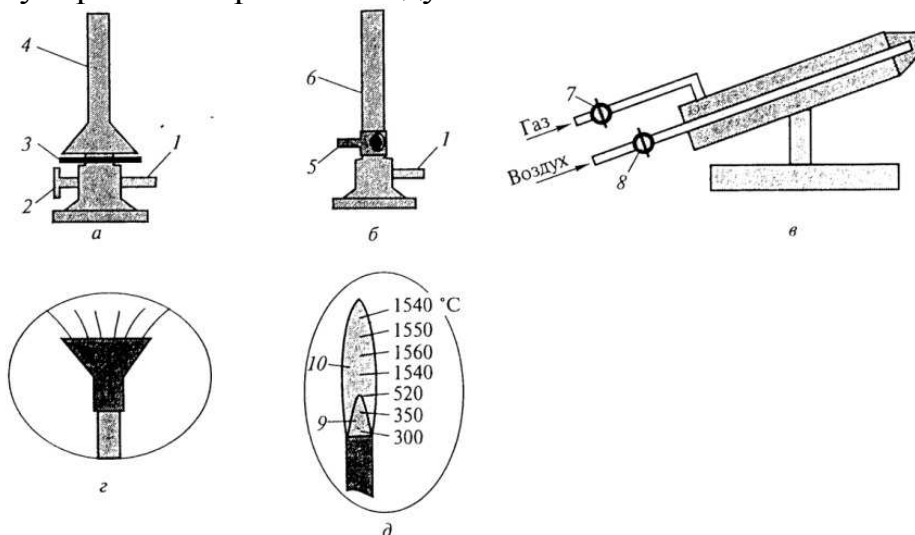


Рис. 9. Газовые горелки: а) – горелка Теклю; б) – горелка Бунзена; в) паяльная горелка; г) – горелка с насадкой «ласточкин хвост»; д) – строение пламени;

- 1 – боковой отвод; 2 – вентиль; 3 – диск; 4 – конусообразная трубка;
- 5 – вращающаяся муфта; 6 – трубка для смешения газа с воздухом; 7 – кран подачи газа; 8 – кран подачи воздуха; 9 – зона восстановления;
- 10 – зона окисления

Для того чтобы зажечь горелку Бунзена:

1. Перекройте подачу воздуха в горелку поворотом муфты;
2. Приоткройте газовый кран и, подождав 2 – 3 секунды, поднесите к краю отверстия горелки зажженную спичку. При этом не наклоняйтесь над горелкой!;
3. Зажгите газ, а затем отрегулируйте пламя горелки, постепенно открывая сквозное отверстие на трубке поворотом муфты;
4. Для выключения горелки закройте газовый кран.

Горелка Теклю является более совершенной, так как ее конструкция позволяет тонко регулировать приток воздуха и газа. Устройство горелки Теклю схематически показано на рис. 9, а. Газ поступает через боковой отвод (1) в конусообразную трубку (4), где смешивается с воздухом. Подача газа регулируется вентилем (2). Воздух в трубку поступает через щель между конусообразно расширенным основанием трубки и диском (3), насаженным на винтовую нарезку. Поворачивая диск, можно изменять ширину щели и тем регулировать приток воздуха в горелку.

Чтобы зажечь горелку Теклю:

1. Перекройте подачу воздуха в горелку, повернув диск вплотную к конусообразно расширенному основанию трубки;
2. Убедитесь, что регулировочный вентиль подачи газа закрыт;
3. Приоткройте газовый кран и, подождав 2 – 3 с, поднесите сбоку к устью горелки зажженную спичку;
4. Зажгите газ, затем отрегулируйте подачу газа и воздуха;
5. Для выключения горелки вначале закройте вентиль подачи газа, а затем газовый кран.

Газовые горелки нельзя использовать для нагревания легковоспламеняющихся и горючих жидкостей. Не допускается оставлять включенные газовые горелки без присмотра!

Пламя правильно горящей горелки прозрачно и имеет голубоватый оттенок. Оно не светится и не коптит. При недостатке воздуха пламя становится желтым и коптящим. На рис. 9, д схематически приведено распределение температур внутри несветящегося пламени.

Различают две основные зоны горения: низкотемпературную восстановительную зону (внутреннюю) и высокотемпературную окислительную (внешнюю зону). Для лучшего обогрева нагреваемые объекты должны быть помещены в верхнюю высокотемпературную часть пламени. Внутренняя зона пламени имеет температуру 300 – 500 °С. Наиболее высокая температура до 1500 °С достигается во внешней зоне, где горение газа происходит наиболее энергично, благодаря большому притоку воздуха.

При использовании неисправных горелок, несоблюдении правил зажигания или выключения горелок и при снижении подачи газа возможен проскок пламени в горелку. Обычно при проскоке слышится характерный хлопок, пламя делается узким, трубка горелки сильно разогревается. Изменяются вид пламени и харак-

терный шум работающей горелки. При проскоке пламени необходимо немедленно закрыть газовый кран и сообщить лаборантам или преподавателю. Студентам не разрешается самостоятельно устранять неисправности газовых приборов.

Для получения широкого и плоского пламени на газовую горелку надевают специальную насадку «ласточкин хвост» (рис. 9, г).

В лабораторном практикуме иногда требуется более высокая температура, чем та, которую дают спиртовые или газовые горелки. В этом случае пользуются паяльными горелками (рис. 9, в).

Паяльная горелка с воздушным поддувом используется для проведения стекловых работ, а также для прокаливания веществ в железных тиглях. Паяльная горелка состоит из двух трубок, вставленных одна в другую. В наружную трубку через боковой отвод с краном (7) поступает газ, а по внутренней трубке с краном (8) – воздух под давлением, благодаря чему температура пламени значительно возрастает.

Особая осторожность необходима при зажигании паяльной горелки.

Для того, чтобы зажечь паяльную горелку:

1. Перед тем, как зажечь горелку, убедитесь, что краны подачи газа и воздуха на горелке закрыты;
2. Откройте краны на стойке, зажгите спичку, поднесите ее снизу к устью горелки;
3. Осторожно приоткройте газовый кран и подожгите газ, не наклоняясь над горелкой.
4. Пламя горелки отрегулируйте с помощью кранов подачи газа и воздуха.
5. Для выключения горелки вначале перекройте воздух краном, а затем газ краном (не наоборот) и закройте газовый кран.

3.2. Бани и колбагреватели

Для нагревания до 300 °С реакционных сосудов и для упаривания растворов используются бани. Колбагреватели применяются чаще всего для нагрева горючих и легковоспламеняющихся жидкостей в колбах.

Водяная баня представляет металлический сосуд, который закрывают рядом колец разного диаметра (рис. 10, а). Такие бани удобны для упаривания растворов. Чашка с упариваемым раствором не должна касаться поверхности воды. При этом она обогревается водяным паром. Колбу, наоборот, частично погружают в воду.



Рис. 10. Бани: а) – водяная;
б) – водяная с электрообогревом

При использовании бани (2) ее заполняют водой на $\frac{2}{3}$ объема (рис. 11, а), помещают на треножник (3), стоящий на подставке из термостойкого материала (5). Чашку для упаривания ставят сверху, сняв такое количество колец, чтобы чашка была утоплена примерно на $\frac{2}{3}$.

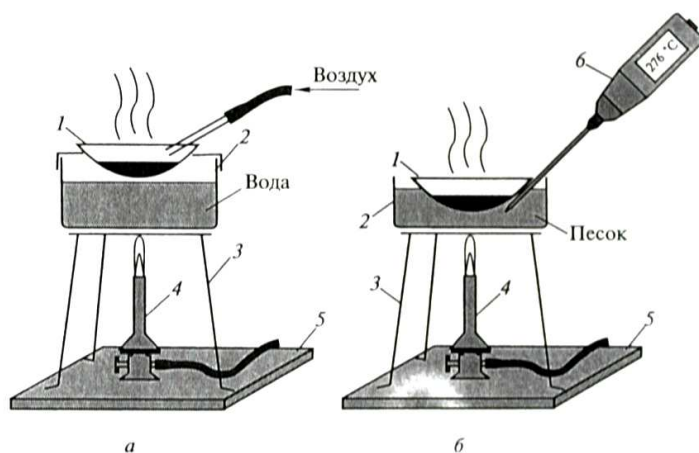


Рис. 11. Упаривание раствора на водяной (а) и печаной (б) банях: 1 – чашка для упаривания; 2 – баня водяная (песчаная); 3 – треножник; 4 – горелка; 5 – подставка из термостойкого материала; 6 – термометр цифровой

Воду в бане доводят до кипения при помощи горелки (4) и поддерживают в состоянии слабого кипения в течение всего опыта, добавляя новые порции по мере выкипания. Уровень воды в бане не должен изменяться. Используются бани с газовым или электрическим обогревом (рис. 10, б).

Для подогрева реакционных сосудов и пробирок в качестве водяной бани иногда берут обычный химический стакан. В этом случае нагреваемый объект частично погружают в воду.

Песчаную баню применяют для нагрева веществ до 200 – 300 °С и упаривания растворов (рис. 11, б). Она представляет металлический сосуд (противень), заполненный чистым прокаленным песком. Песок нагревают пламенем газовой горелки или электрическим нагревателем.

3.3. Электрические плитки

В лабораториях, в которых нет газа, или в тех случаях, когда требуется нагревание, а пользоваться горелками нельзя (например, при перегонке воспламеняющихся летучих жидкостей) применяют электрические плитки. Электрические плитки бывают различного размера, с открытой или закрытой спиралью (рис. 13). Плитки с закрытой спиралью удобны и безопасны при работе с легковоспламеняющимися и летучими веществами. Плитки с открытой спиралью применяют в тех случаях, когда нет опасности попадания на спираль нагреваемого вещества. Они удобны и тем, что при перегорании спирали ее легко можно заменить.



Рис. 12. Электрические плитки: а) – закрытого типа; б) – с открытой спиралью

3.4. Электрические печи

Для нагревания или прокаливания веществ при высокой температуре используют электрические печи с терморегуляторами: трубчатые, тигельные и муфель-

ные. Трубчатые печи применяют для проведения реакций в токе газов (рис. 12, а). Вещества в фарфоровой, кварцевой или металлической лодочке вносят в кварцевую или фарфоровую трубку, помещенную в трубчатую электрическую печь. Для прокаливания небольшого количества вещества в тиглях наиболее удобны тигельные печи (рис. 12, б). Большие количества веществ прокаливают в муфельной печи (рис. 12, в).

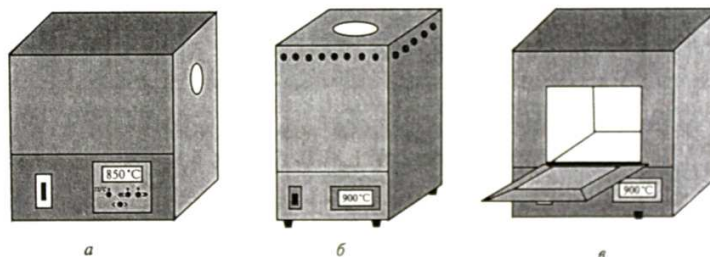


Рис. 13. Электрические печи: а) – трубчатая печь; б) – тигельная печь; в) – муфельная печь

4. ОСНОВНЫЕ ПРИЕМЫ РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Процесс проведения химического эксперимента включает в себя следующие этапы:

1. подготовку исходных реагентов: взвешивание, смешивание веществ, приготовление растворов;
2. подготовку химической посуды и, если необходимо, сборку прибора;
3. выделение и идентификацию полученных веществ.

4.1. Взвешивание

В лабораторном практикуме при проведении большинства опытов и синтезов применяют весы с точностью взвешивания 0,1 – 0,01 г и пределом взвешивания 200 – 300 г. Для более точных взвешиваний (для проведения химического анализа) используют аналитические весы с точностью взвешивания $\pm 0,0002$ г.

Взвешивание неагрессивных веществ. Взвешивание на весах всегда проводят с использованием тары. Химические вещества запрещается помещать прямо на чашку весов (рис. 14, г). Для взвешивания химических реактивов в качестве тары используют стаканчики для взвешивания или бюксы (рис. 14, а, б). Допускается взвешивание на часовом стекле. Фарфоровые чашки использовать не рекомендуется, так как они слишком тяжелые.

Для взятия небольших навесок неагрессивных веществ можно использовать кальку. Другая бумага, особенно фильтровальная, в качестве тары при взвешивании не пригодна, так как часть вещества прилипнет к ней. Кроме того, масса бумаги зависит от влажности окружающего воздуха (рис. 14, д). Запрещается взвешивать горячие, грязные или мокрые предметы.

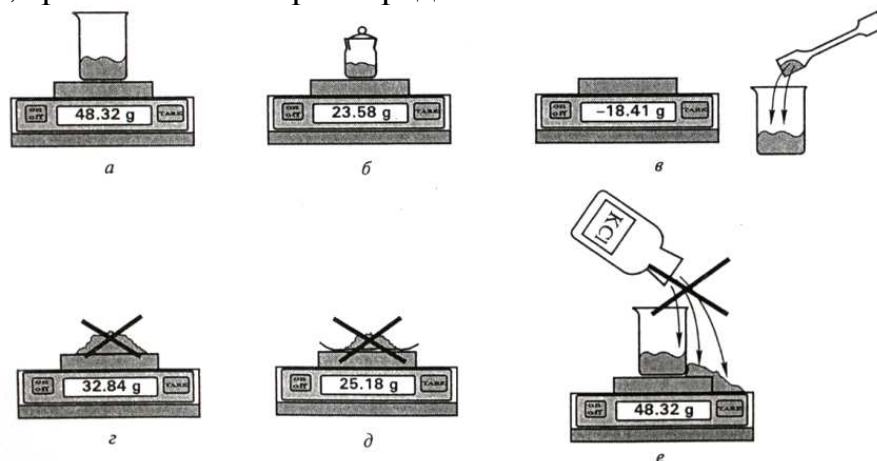


Рис. 14. Взвешивание химических веществ

Взвешивание агрессивных веществ. Агрессивные вещества взвешивают в только закрытых бюксах (рис. 14, б). Ампулы, пробирки и приемники с полученным веществом взвешивают в стеклянном стакане (рис. 15).

Взвешивание сыпучих веществ. Взвешивание сыпучих веществ на весах проводят следующим образом:

1. Поместите на чашку весов стаканчик для взвешивания.
2. Запишите его массу или обнулите показания весов (нажмите клавишу «тара»).

3. Снимите стаканчик для взвешивания с чашки весов, поставьте на лист чистой бумаги, насыпьте в него взвешиваемое вещество и верните обратно на весы (рис. 14, в).

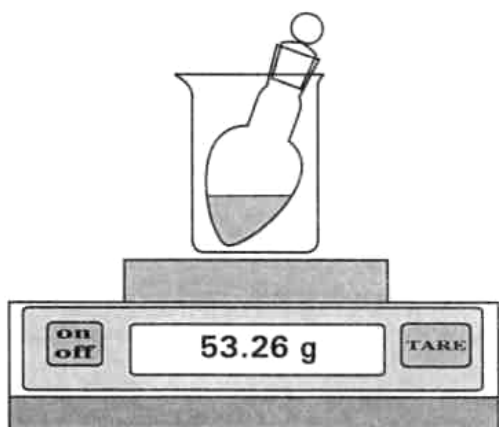


Рис. 15. Взвешивание колбы с веществом

4. Если масса вещества не соответствует заданной, то стаканчик с веществом вновь снимите с чашки весов и добавьте (или отберите) необходимое количество вещества. Для взятия точной навески допускается добавлять на весах небольшое количество вещества маленьким шпателем.

5. При взвешивании не насыпайте вещество в тару над весами, так как вещество может попасть на весы и загрязнить их (рис. 14, е). В этом случае необходимо выключить весы, протереть их и затем повторить взвешивание.

4.2. Измерение объемов

Для измерения объема жидкости в случаях, не требующих большой точности, используют мензурку или мерный цилиндр.

Для точного измерения объема служат мерные колбы, мерные пипетки (пипетка Мора, градуированная пипетка) и бюретки (см. рис. 4).

Для наполнения мерной пипетки ее опускают оттянутым концом в раствор почти до дна сосуда, при помощи груши высасывают из нее воздух. Втягивать жидкость необходимо очень медленно и осторожно, так как раствор может попасть в грушу. Когда пипетка наполнится раствором выше метки, верхнее отверстие её быстро закройте указательным пальцем и осторожно, ослабляя нажим пальца, спустите раствор, пока нижняя часть мениска не достигнет метки. В этот момент палец вновь плотно прижмите к верхнему отверстию пипетки. При выливании раствора оттянутым концом пипетки коснитесь внутренней стенки сосуда и, открыв верхнее отверстие, дайте жидкости стечь.

Для сливания жидкости из бюретки со стеклянным шариком необходимо нажать на шарик так, чтобы он слегка отошел от резиновой трубки. При этом образуется зазор между шлангом и шариком, в который и протекает жидкость. Если резиновая трубка бюретки перекрыта зажимом, необходимо нажать на концы зажима, ослабляя его (зажим не снимать). При использовании бюреток для измерения объема жидкостей необходимо следить, чтобы кончик бюретки был заполнен раствором.

При любых измерениях объемов жидкости отсчет должен производиться таким образом, чтобы глаз находился на одном уровне с краем мениска. Отсчет объема жидкости в сосуде (бюретка, пипетка, мерная колба) производят по нижнему краю мениска (рис. 16, а), если жидкость смачивает стекло, а по верхнему краю мениска, если жидкость не смачивает стекло (рис. 16, б).

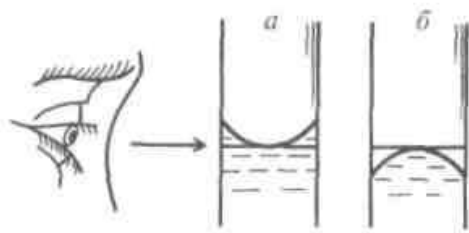


Рис. 16. Отсчет уровня жидкости по мениску: а) – жидкость смачивает стекло; б) – жидкость не смачивает стекло

4.3. Измельчение веществ

Измельчение твердых материалов в химической лаборатории проводят вручную (в ступках) или механически (в мельницах).

Ступки могут быть изготовлены из различных материалов: латунные, фарфоровые и агатовые. В фарфоровых ступках измельчают сравнительно мягкие вещества. Для перетирания очень твердых веществ используют агатовые ступки. Крупные куски твердых и прочных веществ измельчают в чугунных ступках.

В ступках измельчают небольшие количества веществ. Объем вещества не должен превышать трети объема ступки.

Вначале с помощью пестика осторожно измельчают крупные куски вещества. Затем медленно растирают вещество круговыми движениями, не очень сильно прижимая пестик к стенкам ступки. По мере измельчения вещества скорость движения пестика можно увеличить. Во время измельчения вещество периодически собирают пестиком со стенок к центру ступки.

Полученный измельченный до нужной степени порошок пересыпают в заранее подготовленную посуду или сразу же используют. При измельчении пылящих веществ работу следует проводить в вытяжном шкафу.

4.4. Приготовление растворов

Приготовление неточных растворов. Для растворов, используемых при проведении синтезов и опытов, как правило, не требуется очень высокая точность их приготовления.

Для приготовления неточного раствора:

1. Взвесьте на весах навеску вещества с точностью 0,1 – 0,01 г.
2. Рассчитайте массу растворителя, необходимую для приготовления раствора заданной концентрации. Вычислите объем растворителя, исходя из его массы и плотности.
3. Отмерьте с помощью мерного цилиндра или мензурки, необходимый для приготовления раствора объем жидкости.
4. Перенесите взвешенное вещество в химический стакан (или в плоскодонную колбу). При этом обязательно обмойте стаканчик для взвешивания жидкостью из цилиндра и перелейте в химический стакан остаток жидкости.
5. Растворите навеску вещества в рассчитанном количестве жидкости при перемешивании стеклянной палочкой.
6. Для ускорения растворения стакан с раствором можно подогреть через асбестовую сетку или стеклокерамическую пластину.

Приготовление растворов точной концентрации. Для приготовления растворов точной концентрации используют только дистиллированную воду. Готовят такие растворы в мерных колбах с кольцевой меткой.

Для приготовления раствора точной концентрации:

1. Заполните мерную колбу (1) примерно наполовину дистиллированной водой (рис. 17, а).
2. Взвесьте в стаканчике для взвешивания (3) на весах с точностью до 0,01 г навеску вещества.
3. Осторожно через химическую воронку (2) перенесите навеску вещества в мерную колбу (1).
4. Остатки вещества из стаканчика для взвешивания и с воронки тщательно смойте дистиллированной водой в мерную колбу, используя промывалку (4).
5. Содержимое колбы тщательно перемешайте круговыми движениями до полного смешения жидкостей или растворения твердого вещества.
6. По достижении раствором комнатной температуры доведите объем раствора до кольцевой метки.
7. Колбу закройте пробкой и, многократно переворачивая ее вверх дном, тщательно перемешайте раствор.

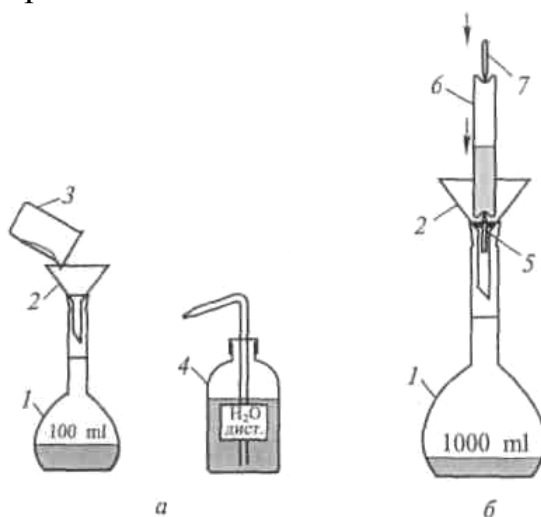


Рис. 17. Приготовление растворов точной концентрации: а) – по точной навеске вещества; б) – из фиксаналя; 1 – мерная колба; 2 – воронка; 3 – стаканчик для взвешивания; 4 – промывалка с дистиллированной водой; 5 – нижний боек; 6 – ампула с фиксаналом; 7 – верхний боек

Для быстрого приготовления растворов точной концентрации удобно применять фиксаналы – заранее приготовленные и запаянные в стеклянных ампулах точно отмеренные количества реактива, необходимого для приготовления 1 л 0,1 н. или 0,05 н. раствора. Для вскрытия ампул с фиксаналями прилагаются специальные бойки. Информация об объеме и концентрации получаемого раствора из одной ампулы фиксаналя приводится на этикетке.

Для получения раствора с помощью фиксаналя содержимое ампулы количественно перенести в мерную колбу (рис. 17, б). Для этого:

1. В мерную колбу (1) емкостью 1 л налейте небольшое количество воды.

2. Вставьте в мерную колбу химическую воронку (2) диаметром 9 – 10 см с вложенным в нее бойком (5) с утолщением.

3. Снимите этикетку с ампулы с фиксаляом (6). Вымойте и вытрите насухо ампулу с фиксаляом.

4. Сухую и вымытую ампулу со снятой этикеткой поверните дном вниз и слегка ударьте углублением об острое бойка (5).

5. Вторым бойком (7) пробейте верхнее отверстие и дайте жидкости полностью вылиться, твердое вещество при осторожном встряхивании высыпьте в воронку.

6. Не изменяя положения ампулы, тщательно промойте ее изнутри дистиллированной водой из промывалки. Для промывания рекомендуется не менее, чем шестикратное (по объему ампулы) количество воды.

7. После растворения всего вещества и достижения комнатной температуры довести объем раствора до кольцевой метки.

8. Колбу закройте пробкой и, переворачивая ее вверх дном, тщательно перемешайте раствор.

Ампулы с сухими фиксаляами можно вскрыть над сухой воронкой и с помощью одного бойка (второй боек в воронку не ставится): вначале вскройте дно ампулы, затем ампулу переверните и пробейте верхнее отверстие, вещество из ампулы осторожным встряхиванием высыпьте в колбу, а ампулу промойте изнутри дистиллированной водой.

Разбавление растворов. Для разбавления раствора в кратное число раз:

1. Налейте на дно мерной колбы с кольцевой меткой небольшое количество дистиллированной воды.

2. Внесите в нее разбавляемый раствор известного объема.

3. Доведите общий объем раствора до метки и тщательно перемешайте.

Для точного измерения объема вносимой жидкости лучше использовать пипетку Мора с кольцевой меткой или, в крайнем случае, градуированную пипетку.

4.5. Приемы нагревания и охлаждения

Нагревание пробирок. При нагревании в пробирке небольшого количества раствора пробирку закрепите в держателе или лапке штатива в слегка наклоненном положении. Следите за тем, чтобы отверстие пробирки было направлено в сторону от себя и от соседей. Осторожно, небольшим пламенем горелки прогрейте всю пробирку, после чего доведите до кипения верхний слой жидкости и, опуская пламя, доведите до кипения все содержимое пробирки. Жидкость с осадком рекомендуется осторожно взбалтывать, потому что из-за перегрева ее может выбросить из пробирки.

Нагревание плоскодонной посуды. Нагревание растворов в химическом стакане или в плоскодонной колбе проводят через асбестовые сетки, установленные на кольцо штатива. Для нагревания можно также использовать электрические плитки.

Нагревание колб. Для нагревания колб используют электрические колбонагреватели, бани (песчаные, водяные, воздушные) и газовые горелки. В этом случае

колбу нагревают через асбестовую сетку. Асбестовую сетку устанавливают так, чтобы между ней и нагреваемой колбой был небольшой зазор около 1 – 3 мм. В некоторых случаях допускается прямое нагревание пламенем горелки.

Нагревание тиглей. В зависимости от температуры используют различные способы нагревания тиглей. Для прокаливания веществ в тигле без контроля температуры обычно используют газовую горелку. Температура тигля при этом обычно не превышает 400 °С. До более высоких температур (до 600 °С) тигель можно нагреть паяльной горелкой. Тигель помещают в фарфоровый треугольник установленный на кольце штатива. О примерной температуре тигля можно судить косвенно по его свечению (табл. 2). Для переноса горячей фарфоровой посуды используют тигельные щипцы.

Использование тигельных, трубчатых и муфельных электрических печей позволяет вести нагревание при контролируемой температуре от 100 до 1100°С.

Таблица 2

Свечение твердых тел

t_{\min} , °С	Свечение	t_{\min} , °С	Свечение
500 – 600	Темно-красное	1000 – 1200	белое
600 – 800	Вишнево-красное	> 1500	Ярко-белое
800 – 1000	желтое		

Упаривание растворов проводят в фарфоровых чашках на водяной или песчаной банях.

Охлаждение. Для охлаждения реакционного сосуда его погружают в баню (кристаллизатор) или химический стакан с охлаждающей смесью (табл. 3). В качестве охлаждающих смесей используют лед с водой или лед с водой и солью, обычно хлоридом натрия. Присутствие воды в смеси необходимо для более эффективного охлаждения реакционного сосуда, так как воздух является плохим проводником тепла. Для приготовления охлаждающей смеси льда с водой заверните кусок льда в полотенце или поместите в холщовый мешок и разбейте молотком на мелкие куски. Измельченный лед внесите в кристаллизатор (стакан) и добавьте воды. Вместо льда можно использовать снег.

Охлаждающую смесь льда с хлоридом натрия готовят следующим образом:

1. Разбитый в холщовом мешке молотком лед поместить в большую фарфоровую ступку.

2. Добавить измельченную мелкокристаллическую соль в расчете 35 г на 100 г льда (не взвешивайте! возьмите две полные столовые ложки соли на стакан льда).

3. Воду добавлять не надо, она образуется в результате таяния льда при приготовлении смеси. Смесь льда и хлорида натрия позволяет понижать температуру до – 21,2 °С. Использовать снег для охлаждения охлаждающих смесей с солью не рекомендуется: он слишком рыхлый.

Таблица 3

Состав и минимальная температура охлаждающих смесей

Вещество	NH_4NO_3	NaNO_3	NaCl	$\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	HNO_3
Количество соли (г) на 100 г воды	45	59	33	143	50
$t_{\min}, ^\circ\text{C}$	-17,3	-18,5	-21,2	-40	-56

5. ФИЛЬТРОВАНИЕ И ЦЕНТРИФУГИРОВАНИЕ. ВЫСУШИВАНИЕ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ

5.1. Фильтрация. Фильтрующие материалы

Сущность фильтрации состоит в том, что жидкость с находящимися в ней частицами твердого вещества пропускают через пористую перегородку. Эта перегородка, задерживающая твердые частицы, называется фильтром. Жидкость, прошедшая через фильтр и освобожденная от находившихся в ней твердых частиц, называется фильтратом.

В качестве фильтрующих материалов в лаборатории используют различные органические и неорганические вещества.

Фильтрующие материалы могут быть:

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

Выбор фильтрующего материала зависит от требований к чистоте раствора, а также от его свойств. Необходимо помнить, что фильтрующий материал должен удовлетворять двум основным требованиям: во-первых, быть химически инертным по отношению к фильтруемой жидкости и осадку, а во-вторых, обеспечивать полное и быстрое отделение твердых частиц от жидкой фазы.

В лабораторном практикуме чаще всего используют бумажные и стеклянные пористые фильтры.

Бумажный фильтр готовят из фильтровальной бумаги и используют при фильтрации на химической воронке или на воронке Бюхнера. Фильтровальная бумага отличается от обычной тем, что она не проклеена, более чиста по составу и волокниста. Выпускаются и готовые фильтры, нарезанные кругами различного диаметра, соответственно размеру воронок.

Таблица 4

Характеристика бумажных фильтров

Цвет ленты	Диаметр пор, нм	Характеристика бумаги, тип осадка
Розовая или черная	10	широкопористая, быстрофильтрующая, для грубых осадков
Белая	3	средней пористости, для крупных осадков
Синяя	1 – 2,5	мелкопористая, для мелкозернистых осадков
Зеленая	менее 1	высокоплотная, для очень тонкодисперсных осадков
Желтая	3	обезжиренная бумага

Бумажные фильтры различают обычные и беззольные. На каждой пачке готовых фильтров указывается масса золы фильтра. Беззольным считается фильтр в том случае, если масса золы, образующейся при его сгорании, не превышает

0,0001 г. При взвешивании на аналитических весах такая масса золы не скажется на результатах взвешивания.

Готовые бумажные фильтры различают также по плотности фильтровальной бумаги, которую можно определить по цвету ленты, скрепляющей пачку. Характеристика бумажных фильтров приведена в табл. 4.

Недостаток бумажных фильтров – низкая химическая стойкость к агрессивным реагентам.

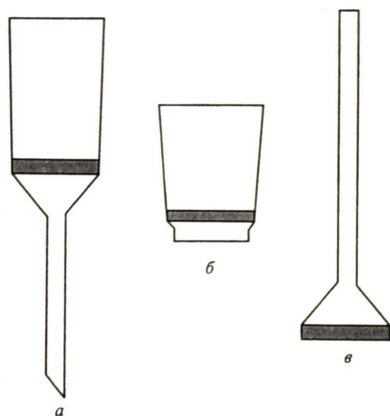


Рис. 18. Стекланные пористые фильтры: а) – воронка со стеклянным фильтрующим дном; б) – тигель со стеклянным фильтрующим дном; в) – трубка с фильтрующей пластиной

Стекланный пористый фильтр с вплавленной фильтрующей пластиной из прессованного (пористого) стекла (рис. 18) устойчив к действию агрессивных реагентов и пригоден для фильтрования концентрированных кислот и разбавленных щелочей, за исключением плавиковой кислоты, горячей фосфорной кислоты и горячих концентрированных растворов щелочи.

Выпускаются фильтры четырех типов с порами разной величины (табл. 5). Фильтры №1 и №2 применяют для отделения крупнозернистых осадков, №3 и №4 – мелкозернистых.

Таблица 5

Типы стекланных пористых фильтров

Фильтр	Размер пор, мкм	Тип осадка
№1	100 – 120	для крупнокристаллических осадков
№2	40 – 50	для кристаллических осадков
№3	20 – 25	для мелкокристаллических осадков
№4	4 – 10	для очень мелкокристаллических осадков

Стекланные пористые фильтры всегда должны быть чистыми. Загрязненные фильтры очищают соответствующими растворителями или водой. Нельзя забивать фильтры оксидом кремния (IV) и другими, нерастворимыми в доступных растворителях осадками, промывать фильтры плавиковой кислотой, горячей фосфорной кислотой и концентрированными растворами щелочей – под их действием фильтрующие пластины разрушаются. Стекланные фильтры не выносят и механического воздействия.

Фильтрование можно проводить различными способами: в обычных условиях, при нагревании, под вакуумом.

5.2. Способы фильтрования.

Фильтрование через химическую воронку

Для фильтрования через химическую воронку используют гладкий или складчатый бумажный фильтр.

Гладкий фильтр готовят из круглого фильтра, соответствующего размеру химической воронки, или вырезают из квадратного листа фильтровальной бумаги (рис. 19). Для изготовления гладкого фильтра:

1. Лист фильтровальной бумаги складывают сначала вдвое, а потом вчетверо;
2. Угол сложенного фильтра обрезают ножницами по дуге по размеру воронки;
3. Отделив пальцем один слой бумаги от трех остальных, получают конус;
4. Полученный фильтр вкладывают в воронку и смачивают небольшим количеством дистиллированной воды. Фильтр всей своей поверхностью должен плотно, без пузырьков воздуха, прилегать к стенкам воронки. Край фильтра должен быть ниже края воронки примерно на 0,5 см.

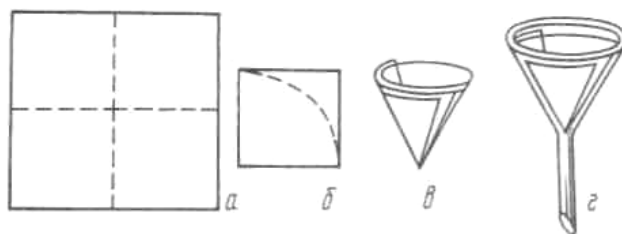


Рис. 19. Изготовление гладкого фильтра: а) – в) – стадии изготовления; г) – фильтр помещен в воронку

Для увеличения фильтрующей поверхности применяют складчатый, или пловый, фильтр. Для изготовления складчатого фильтра вначале поступают также как и при изготовлении гладкого фильтра. Затем сложенный в два или четыре раза фильтр сгибают несколько раз в одну и другую сторону подобно гармошке. Фильтр расправляют, получается конус с 8 – 16 гранями, касающимися стенок воронки. Рекомендуемый размер складок по краю фильтра около 5 – 8 мм (рис. 20.).

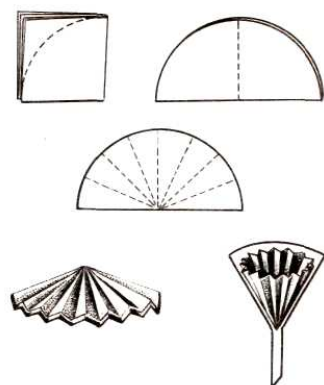


Рис. 20. Изготовление складчатого фильтра

Приступая к фильтрованию, стеклянную воронку (1) с бумажным фильтром (2) помещают в кольцо штатива так, чтобы нижний конец соприкасался со стенкой стакана, в который фильтруют раствор (рис. 21). Фильтруемый раствор с взмученным осадком переносят на фильтр по стеклянной палочке (3), прикасаясь к ней носиком стакана.

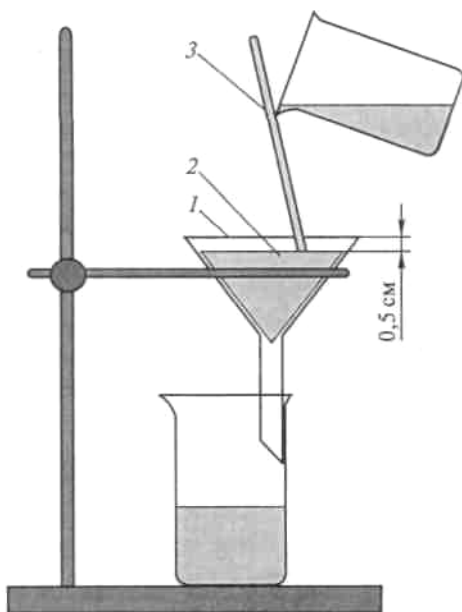
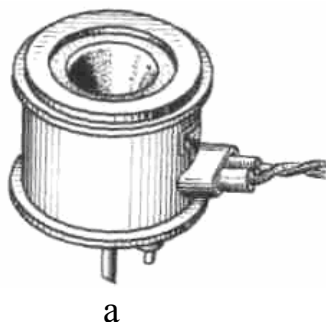
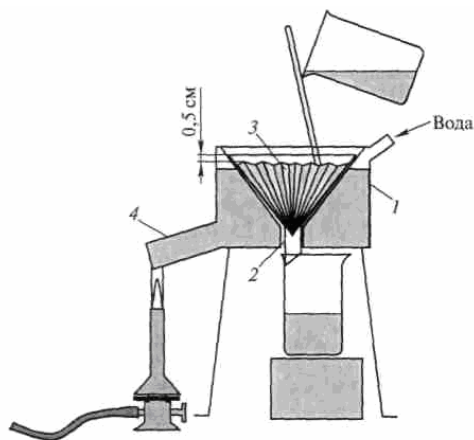


Рис. 21. Фильтрация: 1 – стеклянная воронка; 2 – гладкий бумажный фильтр; 3 – стеклянная палочка

Когда требуется отфильтровать горячий раствор, применяют специальные воронки для горячего фильтрования с электрическим или водяным обогревом. Горячее фильтрование проводят через складчатый фильтр. Воронка с электрическим обогревом представляет собой металлическую воронку с двойными стенками, между которыми находится нагревательный элемент (рис. 22, а). Воронка с водяным обогревом (рис. 22, б) представляет собой стеклянную воронку с короткой трубкой, помещенную в водяной обогреватель. Воду в последнем подогревают газовой горелкой через отросток. После того как стеклянная воронка прогреется, подставляют стакан и быстро фильтруют горячий раствор, все время подливая его небольшими порциями по стеклянной палочке.



а



б

Рис. 22. Воронки для горячего фильтрования: а) с электрическим обогревом; б) с водяным обогревом: 1 – водяной обогреватель; 2 – стеклянная воронка; 3 – складчатый фильтр; 4 – отросток для нагрева воды

Промывание осадков методом декантации. Декантация – это сливание жидкости с отстоявшегося осадка. Осадок на фильтре промывают холодной дистиллированной водой, используя для этих целей промывалку. Промывание с применением декантации заключается в том, что:

1. Осадок, подлежащий промыванию, залить дистиллированной водой, взболтать при помощи стеклянной палочки, затем дать отстояться.

2. Просветлевшую жидкость, собравшуюся над осадком, слить по стеклянной палочке на фильтр в воронке, но так, чтобы осадок оставался в колбе или в стакане.

3. К оставшемуся в сосуде осадку прилить промывную воду и повторить операцию. После третьего или четвертого промывания проверить полноту отмывки.

4. Когда отмываемые вещества не будут обнаруживаться, к осадку добавить еще некоторое количество воды, взболтать его и, не давая отстояться, по палочке перенести на фильтр, через который сливали промывную жидкость. Эту операцию повторяют до тех пор, пока на фильтр не будет перенесен весь осадок.

5.3. Фильтрация при пониженном давлении

На скорость фильтрации влияет давление, под которым жидкость проходит через фильтр. Чем выше давление, тем быстрее фильтруется жидкость. Фильтрация при пониженном давлении (под вакуумом) используют для ускорения процесса фильтрации и более полного отделения твердого вещества от жидкости.

Для этой цели собирают прибор, изображенный на рис. 23, который состоит из колбы Бунзена (1), фарфоровой воронки Бюхнера (2), предохранительной склянки (3) и водоструйного вакуум-насоса, присоединенного к водопроводному крану.

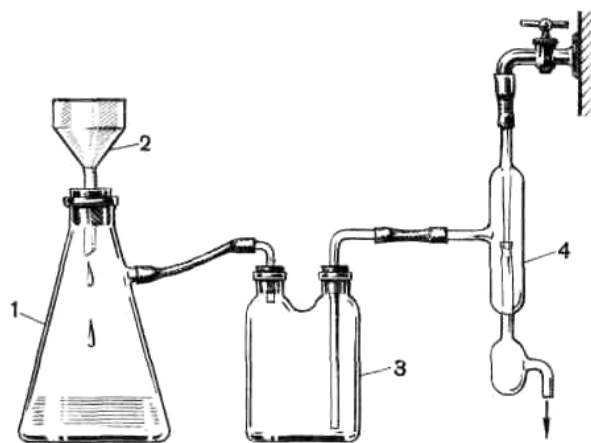


Рис. 23. Фильтрация при пониженном давлении: 1 – колба Бунзена;
2 – воронка Бюхнера; 3 – предохранительная склянка;
4 – водоструйный вакуум-насос

Толстостенную колбу Бунзена применяют в качестве приемника фильтрата. Размер фарфоровой воронки Бюхнера выбирают, исходя из количества осадка. Чем больше осадка, тем крупнее должна быть воронка.

Водоструйный вакуум-насос используют для создания разрежения. Принцип действия такого насоса заключается в том, что сильная струя воды, проходя через узкую внутреннюю трубку, состоящую из двух частей с небольшим зазором между ними, захватывает воздух, создавая при этом вакуум в колбе Бунзена. Между колбой Бунзена и водоструйным вакуум-насосом обязательно помещают пустую предохранительную склянку для предотвращения перебрасывания воды из водоструйного вакуум-насоса в колбу Бунзена. Переброс воды может привести к «захлебыванию» насоса, поэтому нельзя напрямую соединять насос и прибор, в котором создается разрежение. В случае переброса надо разъединить колбу Бунзена

и предохранительную склянку и вновь соединить их только тогда, когда из склянки уйдет вся вода.

В целях обеспечения безопасности фильтрацию при пониженном давлении проводят в защитной маске или защитных очках. Колба Бунзена должна быть закрыта защитным кожухом или сеткой. При проведении фильтрации нельзя наклоняться над колбой Бунзена, находящей под вакуумом.

Подготовка к фильтрованию. Перед началом фильтрации тщательно вымойте колбу Бунзена и воронку Бюхнера. При работе с водными растворами колбу Бунзена можно не сушить.

Для проведения фильтрации потребуются два бумажных фильтра: первый – по размеру дна воронки Бюхнера, второй – диаметром на 0,5 – 1 см больше диаметра дна воронки. Чтобы изготовить такие фильтры, возьмите два листа фильтровальной бумаги, положите их на воронку Бюхнера и плотно прижмите сверху ладонью. Меньший фильтр вырежьте чуть меньше контура с учетом конусности фильтровальной воронки, а больший – немного больше контура.

Меньший фильтр поместите на дно воронки Бюхнера, смочите небольшим количеством дистиллированной воды и плотно прижмите ко дну воронки. Сверху положите второй фильтр, смочите водой, а края расправьте по стенкам воронки с помощью стеклянной палочки. Включите насос, чтобы фильтры плотно «прижались» ко дну и стенкам воронки. Для проверки работы насоса и герметичности прибора налейте на фильтр небольшое количество воды. Если вода, не задерживаясь, быстро проходит через фильтр, то можно приступить к фильтрованию.

Фильтрация. Процесс фильтрации при пониженном давлении проводят следующим образом:

1. При выключенном водоструйном вакуум-насосе перенесите на воронку Бюхнера по стеклянной палочке раствор со взмученным осадком таким образом, чтобы осадок равномерно распределился по всей поверхности фильтра.

2. Включите водоструйный вакуум-насос.

3. Фильтрация считается законченной, если на конце воронки Бюхнера не появляются новые капли раствора.

4. При фильтровании осадок не должен переполнять воронку Бюхнера, а фильтрат в колбе Бунзена не должен доходить до отростка, соединяющего колбу с предохранительной склянкой. Если фильтрата набралось много, фильтрацию следует прервать, вылить фильтрат из колбы Бунзена и только после этого возобновить работу.

5. По окончании фильтрации сначала отсоедините колбу Бунзена от предохранительной склянки, а затем выключите водоструйный вакуум-насос.

6. Воронку Бюхнера с осадком выньте из колбы Бунзена. Отфильтрованный осадок с помощью шпателя перенесите на лист фильтровальной бумаги или в подготовленную посуду.

Промывание осадка на фильтре. Отфильтрованный осадок может быть промыт на воронке Бюхнера дистиллированной водой для удаления с его поверхности маточного раствора. Для промывания осадка на фильтре вначале выключите

водоструйный вакуум-насос, после чего добавьте к осадку дистиллированную воду, взмутите осадок стеклянной палочкой и проведите повторное фильтрование при пониженном давлении.

Фильтрование на воронке со стеклянным фильтрующим дном. Фильтрование при пониженном давлении на воронке со стеклянным фильтрующим дном и промывание осадка на фильтре проводят таким же способом, как и фильтрование на воронке Бюхнера.

5.4. Центрифугирование

Кроме фильтрования разделение жидкости и осадка возможно путем центрифугирования. Центрифугирование целесообразно применять при работе с небольшими количествами осадков, в том случае, если фильтруемые вещества мелкодисперсные, забивают поры фильтра или разрушаются при соприкосновении с фильтрующим материалом. Для промывания и отделения студенистых осадков (например, гидроксидов, сульфидов) также прибегают к центрифугированию.

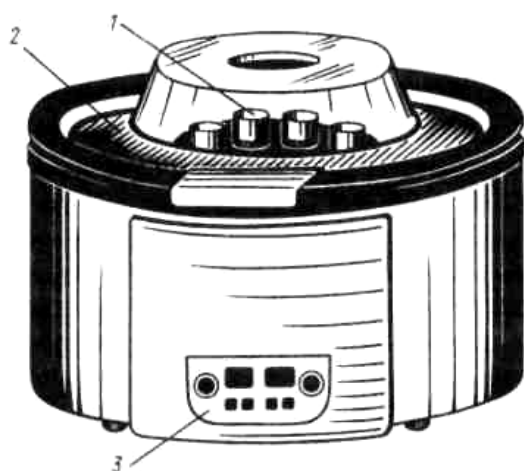


Рис. 24. Центрифуга: 1 – гнезда для пробирок; 2 – крышка; 3 – панель управления

Для центрифугирования применяют аппараты, называемые центрифугами (рис. 24). Растворы с осадком помещают в специальные конические пробирки, которые располагают в центрифуге попарно и симметрично одна против другой. Для предотвращения вибрации центрифуги необходимо, чтобы пробирки имели примерно одинаковую массу. При быстром вращении ротора центрифуги, взвешенные в жидкости твердые частицы, под действием центробежной силы отбрасываются от центра и собираются на дне пробирки.

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

5.5. Высушивание твердых веществ

После отделения твердого вещества от раствора следует стадия высушивания. Высушивание – это освобождение вещества от воды или ее паров. При высушивании веществ в химической лаборатории необходимо учитывать их реакционную способность, стойкость к повышенной температуре, окислению, гигроскопичность и т.д.

Высушивание на воздухе небольшого количества вещества проводят на часовом стекле или в чашке Петри. Для этого на чистый лист фильтровальной бумаги тонким слоем насыпают влажное твердое вещество.

Высушивание твердых веществ на открытом воздухе при комнатной температуре используют лишь в том случае, если продукт негигроскопичен. Для ускоре-

ния высушивания сырое вещество можно несколько раз отжать между листами фильтровальной бумаги.

Для более полного удаления влаги и для сушки гигроскопических веществ используют эксикаторы. Нижняя часть эксикатора заполнена водопоглощающим веществом: прокаленным хлоридом кальция, концентрированной серной кислотой, силикагелем. При высушивании кристаллогидратов подбирают такой реагент, который при высушивании не отнимает кристаллизационную воду.

Емкость с охлаждаемым веществом помещают на фарфоровую пластинку. Края эксикатора и крышки смазаны вазелином для герметичного закрывания. Открывать и закрывать надо скользящими движениями крышки по краю эксикатора. Так как процесс сушки довольно длителен, то применяют вакуум-эксикаторы. При этом скорость испарения влаги увеличивается.

Высушивание в сушильном шкафу происходит по следующей методике. Вещества, устойчивые на воздухе и не разлагающиеся при нагревании, лучше всего сушить в сушильном шкафу при 60 – 80 °С до постоянства массы, определяемой периодическим взвешиванием охлажденного в эксикаторе продукта. Сухое вещество не должно прилипать к стеклянной палочке и стенкам сосуда, а его масса должна оставаться неизменной при дальнейшем выдерживании в сушильном шкафу.

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

6. ОБЩИЕ ПРИЕМЫ РАБОТЫ С ГАЗАМИ

6.1. Правила работы с газами. Газовые баллоны

В практикуме используются следующие газы:

1. Газы промышленного производства, поставляемые в стальных баллонах: азот, кислород, аргон, углекислый газ;
2. Газы, получаемые в лаборатории химическим путем: хлор, аммиак, водород, оксид серы (IV), оксиды азота и др. Хотя хлор, аммиак и водород производятся промышленностью, но использование баллонов с этими газами не рекомендуется ввиду их повышенной опасности.

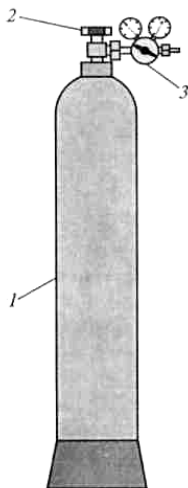


Рис. 25. Газовый баллон:
1 – баллон; 2 – вентиль;
3 – редуктор

Газ в баллонах (рис. 25) находится под высоким – 15 МПа (150 атм) давлением в сжатом или сжиженном состоянии, поэтому баллоны являются источником повышенной опасности и их нельзя подвергать тепловому воздействию или удару. Баллоны должны быть надежно закреплены и находиться на достаточном удалении от источников тепла.

Студентам не разрешается самостоятельно открывать и перемещать газовые баллоны. Для снижения давления газа на выходе из баллона устанавливают газовый редуктор (3). Не рекомендуется напрямую подсоединять баллон к прибору, лучше вначале заполнить из баллона промежуточную емкость (газометр или «кислородную» подушку), которую потом можно подсоединить к прибору.

6.2. Получение газов

Вещества в газообразном состоянии в лабораторных условиях получают:

1. Взаимодействием смеси твердых веществ при нагревании;
2. Прокаливанием твердого вещества;
3. Взаимодействием твердого вещества с жидкостью при нагревании или без нагревания.

Для получения газов используют различные приборы. Простейшим из них является прибор, представляющий собой пробирку с газоотводной трубкой (рис. 26, а). При использовании данного прибора следует учитывать условия протекания химических реакций. Если реакция идет только при нагревании, то остановить ее можно прекращением нагревания. Если же нагревание для протекания реакции не требуется, то она идет до тех пор, пока не израсходуются исходные вещества (или одно из них).

Преимущество такого прибора заключается в его простоте. Недостаток – в необходимости разбирать прибор после каждого опыта по получению газа.

На рис. 26, б изображен прибор, состоящий из колбы Вюрца и капельной воронки. Он удобен для получения газов, когда хотя бы одно из реагирующих ве-

ществ является жидким. Такой прибор используется для получения многих газов: хлора (действием соляной кислоты на перманганат калия), оксидов азота, оксида углерода (II), аммиака и других. Капельная воронка позволяет регулировать скорость подачи жидкого реагента в колбу Вюрца, поддерживая непрерывный ровный ток газа. Такой прибор для получения газа можно использовать неоднократно, и следовательно нет необходимости его разбирать после каждого опыта.

Приборы для получения газов необходимо перед использованием проверять на герметичность. Для этого опускают конец газоотводной трубки от прибора в сосуд с водой и слегка обогревают реакционный сосуд. Если прибор герметичен, то в воду пойдут пузырьки воздуха, а при прекращении нагревания вода из сосуда начнет засасываться в прибор.

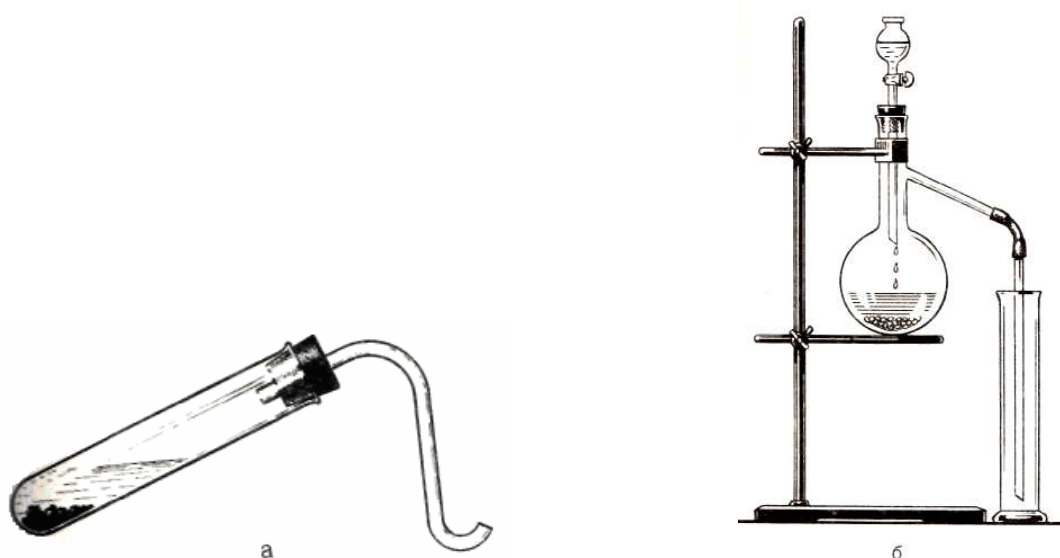


Рис. 26. Приборы для получения газов: а) – пробирка с газоотводной трубкой; б) – колба Вюрца с капельной воронкой

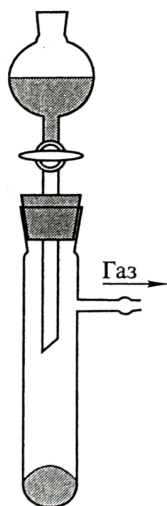


Рис. 27. Мини-прибор для получения газов с капельной воронкой

Существуют конструкции аналогичных мини-приборов с использованием пробирок Вюрца (рис. 27). Однако они небезопасны в эксплуатации, так как не предусмотрен дополнительный выход газа из колбы при закупоривании основного выхода. В этом случае возможно выбивание пробки из капельной воронки или самой капельной воронки. Работа с приборами такой конструкции допускается только в защитной маске или очках. Необходимо все время следить за наличием свободного выхода газа из колбы и прибора.

В практике часто используют приборы автоматического действия. Одним из таких приборов является аппарат Киппа. Это один из самых удобных и безопасных методов получения газов в лаборатории. Аппараты Киппа выпускаются самых разных размеров.

С использованием аппарата Киппа в практикуме получают водород, углекислый газ, сероводород и некоторые другие газы.

Аппарат Киппа состоит из трех сообщающихся резервуаров 1, 2 и 4 (рис. 28). Твердый реагент помещают в средний шарообразный резервуар 2 на пластмассовый кольцевой вкладыш 3, предохраняющий от попадания твердого реагента в резервуар 4.

Аппарат Киппа для большой прочности изготавливают из толстостенного стекла, так как он должен выдержать большое давление находящегося в нем газа.

В качестве твердого реагента для получения водорода используют цинковые палочки, углекислого газа – куски и обрезки мрамора, сероводорода – куски сульфида железа.

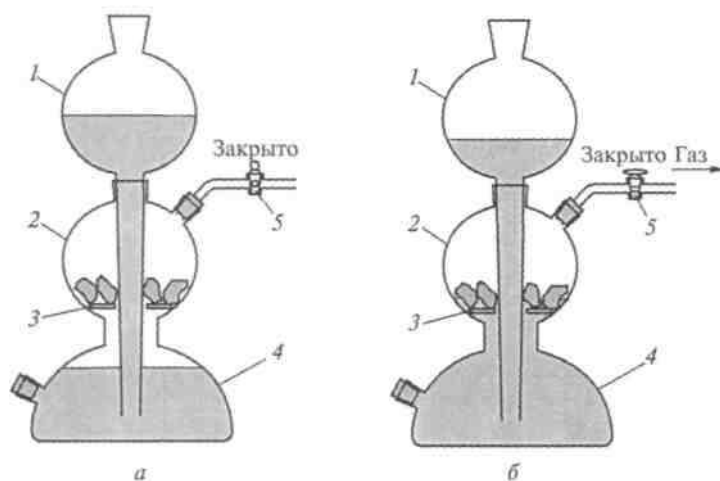


Рис. 28. Аппарат Киппа: а) – заряжен и готов к работе; б) – в работе;

1 – верхний резервуар; 2 – средний резервуар; 3 – кольцевой вкладыш для размещения твердого реагента; 4 – нижний резервуар; 5 – кран

Для загрузки аппарата Киппа необходимо приподнять или снять верхний шаровой резервуар (1) и поместить крупные куски реагента на кольцо (3) вокруг центрального отверстия. Можно вынуть трубку с краном (5) и через образовавшееся отверстие загрузить средний шар примерно на 1/3 кусочками среднего размера. Мелкодисперсный реагент использовать не следует, так как он может провалиться через щели у кольца (3) в нижний резервуар (4);

При включении аппарата Киппа (кран 5 открыт) жидкость из верхнего резервуара перетекает в нижний и поднимается до уровня твердого реагента. В результате реакции начинает выделяться газ. Аппарат Киппа способен автоматически длительно поддерживать заданный ток газа и прекращать выработку газа при перекрывании выхода. В последнем случае за счет генерации газа уровень жидкости опускается ниже твердого реагента и реакция прекращается. Жидкость при этом перетекает из нижнего резервуара в верхний.

6.3. Хранение газов

Для сбора и хранения газов служит газометр (рис. 29).

Газометр состоит из двух частей: воронки (1), снабженной краном (2), и толстостенного сосуда с трубкой для выхода газа (4) с краном (5) и сливным патрубком

ком внизу для воды (6). Воронка вставляется в сосуд на шлифе, обеспечивающем герметичность прибора.

В газометре хранят газы мало растворимые в воде и не взаимодействующие с ней. К таким газам относятся кислород, азот. Нельзя хранить в газометре водород, ацетилен, метан, оксид углерода (II), так как они взрывоопасны.

Заполнение газометра газом проводится в два этапа: вначале его полностью заполняют водой, затем воду вытесняют собираемым газом.

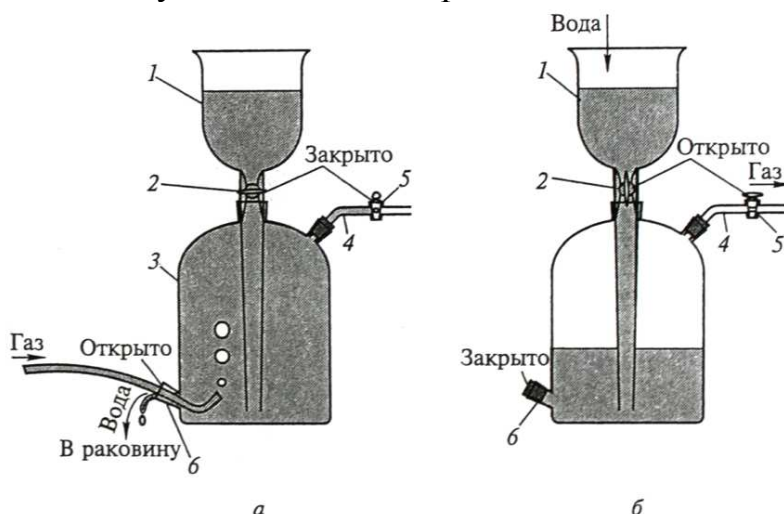


Рис. 29. Газометр: а) – заполнение газом; б) – получение тока газа из газометра: 1 – воронка; 2, 5 – краны; 3 – корпус газометра; 4 – газоотводная трубка; 6 – сливной патрубок

Заполнение газометра водой проводят в следующем порядке:

1. Снимите воронку (1);
2. Заполните сосуд (3) доверху водой;
3. Откройте кран (2) на воронке (1) и медленно погрузите воронку в склянку (3), следя за полнотой ее заполнения;
4. Наполните воронку (1) водой примерно на $\frac{2}{3}$;
5. Если в газометре остались пузырьки воздуха, то удалите их через открытый кран (2), слегка приподнимая и опуская воронку (1);
6. Остатки воздуха из газоотводной трубки (4) удалите через кран (5);
7. Кран (5) закройте.

Заполнение газометра газом проводят в следующем порядке:

1. Поставьте заполненный водой газометр на край стола около водопроводной раковины;
2. Закройте все краны газометра (2, 5) и откройте сливной патрубок (6);
3. Введите в сливной патрубок (6) газометра трубку от прибора для получения газа. При поступлении газа вытекающая вода должна выливаться в раковину;
4. Заполнив газометр газом примерно на $\frac{2}{3}$, выньте газоподводящую трубку, закройте патрубок (6) пробкой и откройте кран (2). Необходимо держать кран (2) все время открытым.

Не допускается дозаправка газометра. Перед каждой новой заправкой убедитесь в полном заполнении газометра водой во избежание случайного смешения остатков

старого газа с новым, например, водорода с кислородом. Не рекомендуется заполнять газометры горючими газами.

Получение тока газа из газометра:

1. Подсоедините газометр к прибору.
2. С помощью крана (5) при открытом кране (2) установите требуемый ток газа, при этом следите за тем, чтобы воронка (1) была заполнена водой.

6.4. Получение газов термическим разложением твердых веществ

Газообразные вещества образуются также при прокаливании твердых соединений. Для получения газов таким способом разлагаемое вещество помещают в реторту или пробирку из тугоплавкого стекла и нагревают. При прокаливании веществ необходимо следить за наличием свободного выхода выделяющегося газа.

6.5. Собираение газов

Способы соби́рания газов определяются их свойствами: растворимостью и взаимодействием с водой, с воздухом, ядовитостью газа. Различают два основных способа соби́рания газов: вытеснением воздуха и вытеснением воды.

Вытеснением воздуха собирают газы, которые не взаимодействуют с воздухом. По относительной плотности газа по воздуху делают заключение, как расположить сосуд для соби́рания газов (рис. 30, а, б). На рис. 30, а показано соби́рание газа с плотностью по воздуху более единицы, например, оксид азота (IV), плотность которого по воздуху равна 1,58. На рис. 30, б показано соби́рание газа с плотностью по воздуху менее единицы, например водорода, аммиака и др.

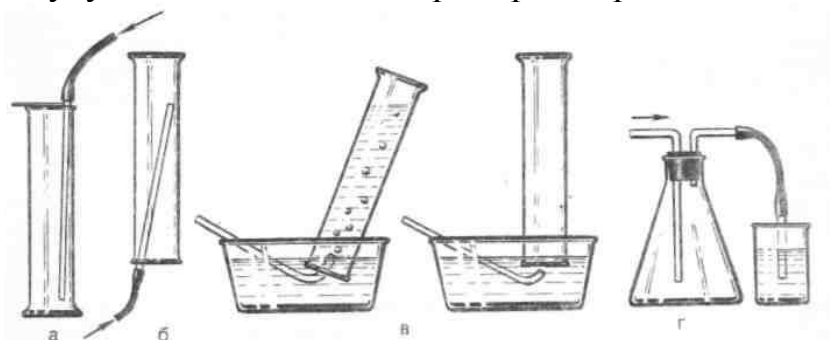


Рис. 30. Соби́рание газов: а) – вытеснением воздуха (газ тяжелее воздуха); б) – вытеснением воздуха (газ легче воздуха); в) соби́рание газов под водой; г) соби́рание ядовитых газов

Вытеснением воды собирают газы, которые не взаимодействуют с водой и плохо в ней растворяются (рис. 30, в). Цилиндр или банку заполняют водой и закрывают стеклянной пластинкой так, чтобы в цилиндре не оставалось пузырьков воздуха. Пластинку придерживают рукой, цилиндр переворачивают и опускают в стеклянную ванну с водой. Под водой пластинку удаляют, в открытое отверстие цилиндра подводят газоотводную трубку. Газ постепенно вытесняет воду из цилиндра и заполняет его, после чего отверстие цилиндра под водой закрывают стеклянной пластинкой и цилиндр, заполненный газом, вынимают.

Если газ тяжелее воздуха, то цилиндр ставят дном на стол, а если легче, то дном вверх на пластинку. Газы над водой можно собирать в пробирки, которые, так же как и цилиндр, заполняют водой, закрывают пальцем и опрокидывают в

стакан или в стеклянную ванну с водой. Для соби́рания газа чаще всего применяют цилиндры с притертыми к ним стеклянными пластинками для закрывания.

Ядовитые газы собирают обычно вытеснением воды, так как при этом легко отметить, когда газ целиком заполнит сосуд. Если необходимо собрать газ вытеснением воздуха, то поступают следующим образом (рис. 29, г). В колбу (банку, цилиндр) вставляют пробку с двумя газоотводными трубками. Через одну, которая доходит почти до дна, впускают газ, конец другой опускают в стакан с раствором, поглощающим газ. Например, для поглощения оксида серы (IV) в стакан наливают раствор щелочи, для поглощения хлороводорода – воду. После заполнения колбы (банки) газом вынимают из нее пробку с газоотводными трубками и сосуд быстро закрывают пробкой или стеклянной пластиной, а пробку с газоотводными трубками помещают в газопоглощающий раствор.

6.6. Очистка газов

Полученные химическим путем газы часто содержат пары воды, летучие компоненты реагирующих веществ, продукты побочных реакций и аэрозольные загрязнения. При использовании газометров газы увлажняются парами воды. Газы из баллонов также иногда требуют очистки.

Для очистки газов используются фильтры, промывалки, U-образные трубки или осушительные колонки, заполненные жидкими или твердыми реагентами или поглотителями.

Фильтры для очистки газов. Для очистки газов от аэрозолей: капелек кислоты, частичек распыленных твердых реагентов и т.д. газ пропускают через неплотный ватный тампон, вставленный в прямую трубку с расширением (рис. 31, а) или в U-образную трубку (рис. 31, б).

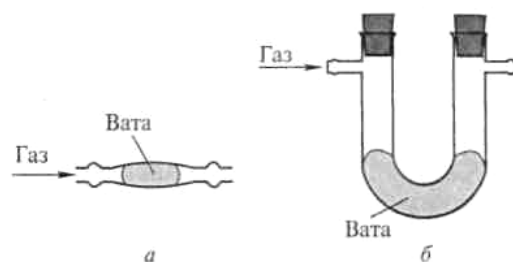


Рис. 31. Фильтры для очистки газов:

- а) – прямая трубка с расширением и с ватным фильтром;
- б) – U-образная трубка с ватным фильтром

Очистка газов жидкими реагентами и поглотителями осуществляется при пропускании газа через склянки с промывной жидкостью. В качестве склянок в практикуме используют склянки Тищенко, Дрекслея, Вульфа; колбу Бунзена; обычные склянки с пробкой, в которую вставлены две трубки (рис. 32).

Во всех промывных склянках (кроме склянки Тищенко) есть общий недостаток: если давление в приборе падает, жидкость из склянки может быть переброшена в прибор. Особенно часто это случается при получении газа в процессе нагревания. Для предотвращения попадания промывной жидкости в реакционный сосуд перед промывной склянкой следует поставить пустую склянку.

Для хорошей очистки газ должен идти через промывную склянку не слишком быстро, чтобы можно было считать проходящие через жидкость пузырьки.

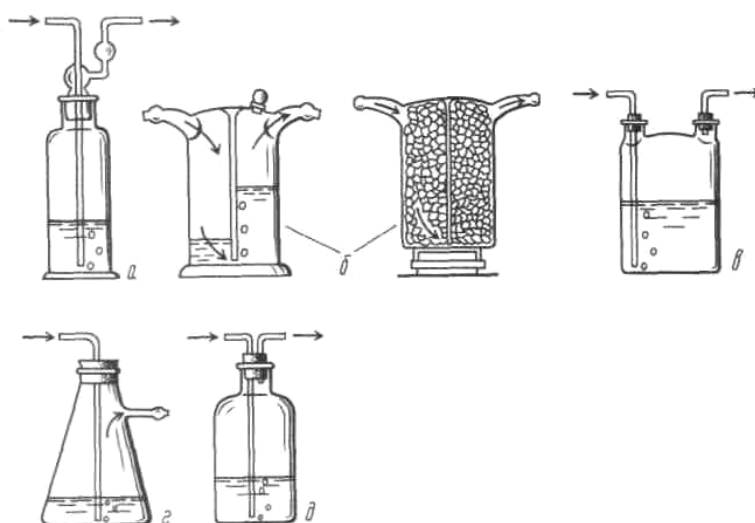


Рис. 32. Промывные склянки: а) – Дрекслея; б) – Тищенко для жидких и твердых веществ; в) – Вульфа; г) – Бунзена; д) – обычная склянка

В качестве промывалок для очистки газов можно использовать неразборную промывалку Мюнке (рис. 33, а, б), а иногда U-образные трубки (рис. 33, в).

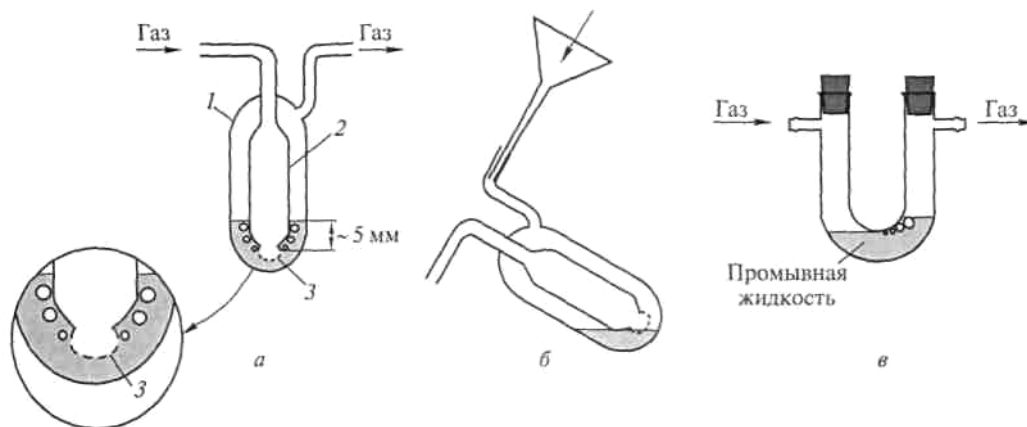


Рис. 33. Промывалки для очистки газов: а, б – промывалка Мюнке (в действии и при заполнении); в) – U-образная трубка в качестве промывалки; 1 – корпус промывалки; 2 – внутренняя трубка с расширением; 3 – отверстия

Промывалка Мюнке состоит из корпуса, внутрь которого впаяна трубка с расширением. В нижней части трубки имеются маленькие отверстия для барботирования газа через жидкость. Промывалку заполняют промывной жидкостью на ~5 мм выше выходных отверстий с помощью тонкой воронки Мюнке. Такое количество жидкости обеспечивает достаточную эффективность очистки, не создает излишнего гидравлического сопротивления току газа. Для безопасного выполнения эксперимента объем жидкости выше отверстий (3) не должен превышать $1/2 - 1/3$ объема внутренней трубки (2). В этом случае при изменении направления тока газа промывная жидкость останется внутри промывалки и не будет переброшена обратно в прибор. Для хранения заполненных промывалок отводы промывалки замыкают коротким отрезком шланга.

Очистка газа пропусканием через колонки и U-образные трубки, заполненные твердым реагентом (поглотителем), гранулированным или порошкообразным (рис. 34).

Заполнение колонок гранулированными веществами (хлоридом кальция, твердыми гидроксидами натрия или калия, силикагелем, цеолитами и др.) проводят следующим образом: на дно колонки поместите слой стеклянной или каолиновой ваты, затем примерно на $\frac{3}{4}$ высоты колонки слой реагента, а затем опять слой стекловаты (рис. 34, а, б). Стекловата препятствует высыпанию реагента (поглотителя) из колонки и его распылению в токе газа. Для повышения эффективности работы колонок рекомендуется чередовать слои твердого реагента (поглотителя) и стекловаты. Сверху колонку закройте пробкой. Аналогично заполняют U-образные трубки (рис. 34, в, г). Для хранения, даже кратковременного, отводы колонок и U-образных трубок замкните коротким отрезком шланга.

Тонкодисперсные реагенты, такие как оксид фосфора (V), помещают в колонку на носителе – стеклянной или каолиновой вате. Для этого в большую фарфоровую чашку положите необходимое количество стекловаты, добавьте порошок оксида фосфора (V) и быстро смешайте. Порошок должен остаться на волокнах стекловаты. Затем стекловату с оксидом фосфора (V) с помощью пинцета также быстро внесите в колонку или U-образную трубку и закройте пробками, а отводы заткните коротким шлангом.

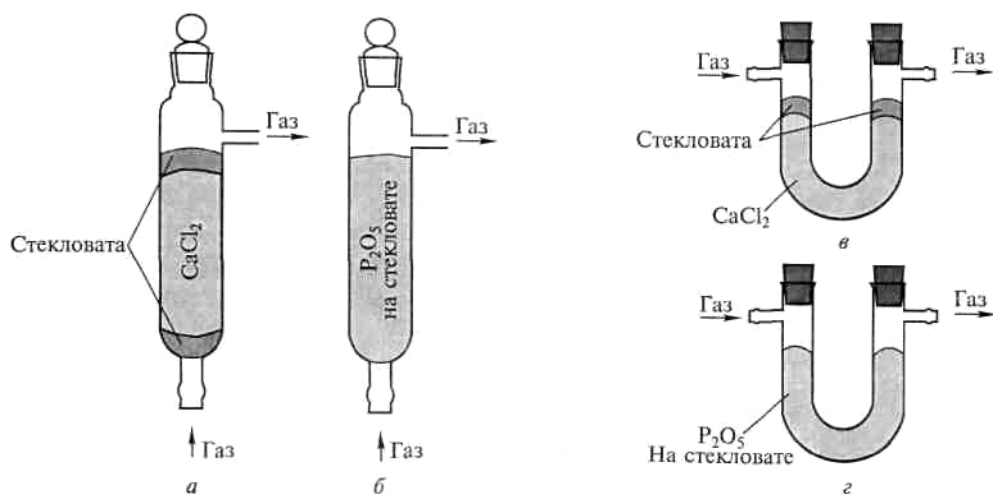


Рис. 33. Осушительные колонки (а, б) и U-образные трубки (в, г)

Хлоркальциевую трубку (рис. 34) используют для защиты реакционной смеси от влаги воздуха и, иногда, углекислого газа. Несмотря на название «хлоркальциевая трубка» ее заполняют не только хлоридом кальция, но и натронной известью, оксидом фосфора (V) и другими твердыми реагентами – поглотителями.

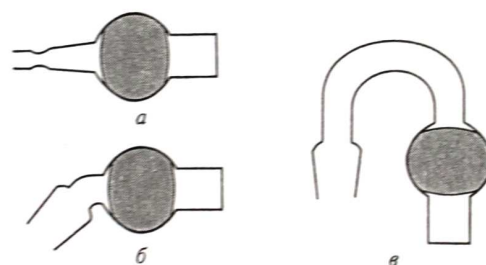


Рис. 34. Хлоркальциевые трубки:

- а) – «под шланг»;
б), в) – трубки со шлифом

Хлоркальциевую трубку устанавливают на приборе с обратным наклоном или горизонтально, чтобы ее содержимое не могло случайно попасть в реакционную смесь.

6.7. Меры предосторожности при работе с газами

При работе с газами следует придерживаться следующих мер предосторожности:

1. В случаях опасности забивания выхода газа продуктами реакции в качестве меры предосторожности можно использовать гидравлический затвор (рис. 35, а). Для этого на выходе из колбы Вюрца устанавливают тройник (1) с длинной стеклянной трубкой, погруженной в узкий мерный цилиндр или пробирку (2) с жидкостью. Высота столба жидкости в них должна превышать гидравлическое сопротивление прибора с заполненными промывалками.

2. При пропускании газа через жидкость может существовать опасность забивания газоподводящей трубки (3) твердыми продуктами реакции. В этом случае к выходу газоподводящей трубки (3) присоединяют перевернутую химическую воронку (5), погруженную в стакан (4) (рис. 35, б).

3. При пропускании газа через жидкость, поглощающей газ, существует опасность затягивания этой жидкости в колбу Вюрца. В этом случае после колбы Вюрца ставят обратным ходом предохранительную промывалку (6) или прикрепляют к газоподводящей трубке (3) перевернутую химическую воронку (5). Особенно внимательными необходимо быть при охлаждении нагретой колбы Вюрца, так как возможно затягивание содержимого промывалки (7) в колбу вследствие уменьшения давления находящегося в ней газа. В этом случае также ставят обратным ходом предохранительную промывалку (6) (рис. 35, в).

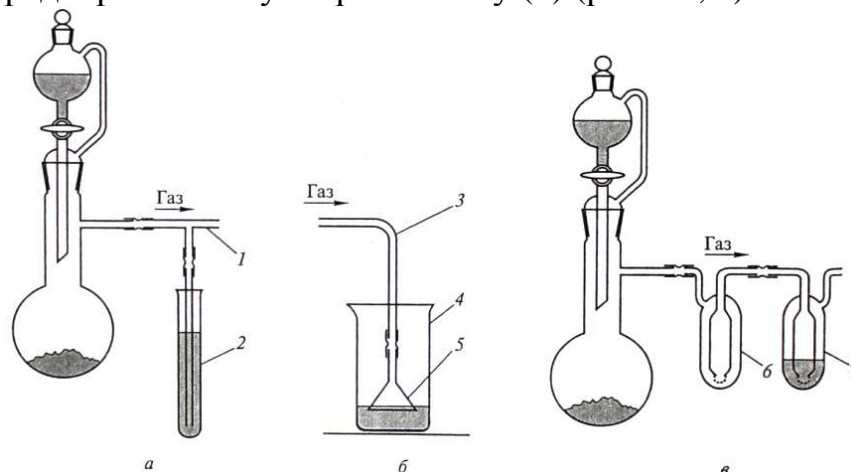


Рис. 35. Меры предосторожности при работе с газами: а) – установка гидравлического затвора; б) – пропускание газа через жидкость с использованием воронки; в) – установка предохранительной промывалки; 1 – тройник; 2 – пробирка с жидкостью; 3 – газоподводящая трубка; 4 – стакан; 5 – воронка; 6 – предохранительная промывалка; 7 – промывалка

7. ИДЕНТИФИКАЦИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

7.1. Исследование химических свойств

Идентифицируют получаемые соединения без использования специальных аналитических реактивов на основе совокупности химических реакций, характеризующих свойства исследуемых веществ.

Для изучения химических свойств возьмите небольшую пробу вещества или его раствора в количестве не более 0,1 г сухого вещества или 1 – 2 мл раствора. Сухое вещество, если требуется, растворите в 1 – 2 мл воды.

К 1 – 2 мл раствора в пробирке пипеткой добавьте несколько капель раствора реагента и наблюдайте происходящие изменения. При необходимости реакционную смесь в пробирке нагрейте.

7.2. Микроскопическое исследование

Кристаллические вещества кроме окраски характеризуются своей формой, что может помочь при идентификации полученных соединений, особенно в многофазных смесях. Вещество поместите на предметный столик микроскопа и рассмотрите его в отраженном или проходящем свете. В зависимости от размера кристаллов используйте длиннофокусный бинокулярный микроскоп с увеличением до 100х или короткофокусный биологический микроскоп, дающий большее увеличение.

7.3. Определение температур плавления и кипения

Схема простейшего прибора для определения температур плавления и кипения представлена на рис. 36. Для определения температур плавления и кипения исследуемое вещество (6), твердое или жидкое, поместите в длинный капилляр (2) на высоту 1 – 1,5 см. Капилляр прикрепите к термометру (3) с помощью резинового кольца (4), изготовленного, например, из старой перчатки. Термометр с капилляром опустите в пробирку (1) с высококипящей прозрачной жидкостью (5), например, концентрированной серной кислотой. Содержимое пробирки осторожно нагрейте пламенем горелки через асбестовую сетку. Непрерывно наблюдайте в защитных очках за изменением агрегатного состояния вещества в капилляре. При плавлении вещество становится прозрачным, а при кипении внутри жидкости появляются поднимающиеся пузырьки газа.

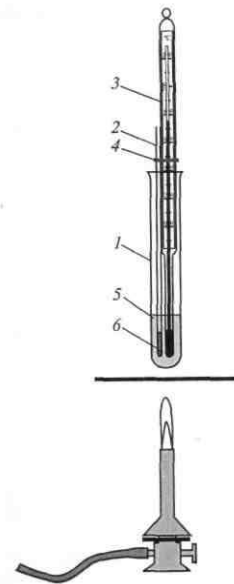


Рис. 36. Простейший прибор для определения температур плавления и кипения: 1 – пробирка; 2 – капилляр; 3 – термометр; 4 – резиновое кольцо; 5 – высококипящая жидкость; 6 – исследуемое вещество

7.4. Определение плотности жидкости

Важным физическим параметром веществ является их плотность. Для быстрого определения плотности жидкостей используют наборы ареометров (денсиметров) с разными диапазонами измерения. Плотность можно определить методом взвешивания жидкости известного объема, например в пикнометре.

Определение плотности жидкости ареометром. Для определения плотности жидкости с помощью ареометра (1) исследуемую жидкость налейте в высокий узкий цилиндр (2) (рис. 37, а). Осторожно погрузите в жидкость ареометр. Не отпускайте ареометр сразу, он может удариться о дно цилиндра и разбиться. Размер цилиндра выберите в соответствии с размером ареометра. Ареометр должен плавать, не касаясь стенок цилиндра, часть шкалы должна быть погружена в жидкость. Если ареометр тонет или шкала ареометра находится выше уровня жидкости, то смените ареометр с другим диапазоном измерений. Отсчитайте по шкале значение плотности, деления на шкале при этом должны находиться на уровне глаз.

Весовой метод определения плотности жидкости позволяет, в отличие от предыдущего, определять плотности небольших количеств жидкости. Для быстрого определения плотности отмерьте с помощью мерной пипетки определенный объем жидкости в бюкс известной массы с крышкой и взвесьте.

Для более точного определения плотности используют пикнометры, выполненные, в частности, в виде маленьких мерных колб емкостью несколько миллилитров с узким горлом, взвешивание выполняют на аналитических весах при известной температуре (рис. 37, б). Вместо пикнометра можно использовать мерную колбу. С помощью пикнометра можно определить также и плотность твердого вещества.

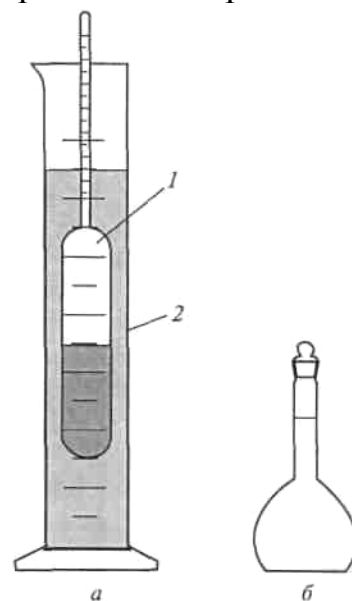


Рис. 37. Приборы для определения плотности: а) – ареометр; б) – пикнометр;
1 – ареометр; 2 – цилиндр

8. СПОСОБЫ ОЧИСТКИ ВЕЩЕСТВ ОТ ПРИМЕСЕЙ

Методы очистки веществ от примесей различны и зависят от свойств веществ и их применения. Наиболее распространенными методами очистки являются для твердых веществ перекристаллизация и возгонка (сублимация), для жидкостей – фильтрование и перегонка (дистилляция), для газов – поглощение примесей различными веществами.

Перекристаллизация применяется в двух основных случаях. Во-первых, многие кристаллогидраты при длительном хранении выветриваются (или, наоборот, расплываются), и их точный состав неизвестен. При перекристаллизации из раствора выделяются кристаллогидраты стехиометрического состава. Во-вторых, перекристаллизацию применяют для очистки твердых растворимых в воде веществ от содержащихся в них примесей.

Перед рассмотрением процесса перекристаллизации введем несколько понятий. Насыщенным при данной температуре является раствор, находящийся в равновесии с твердой солью. В такой системе неопределенно долго могут сосуществовать без каких либо изменений раствор и избыток растворяемого вещества. Добавление к нему твердой соли не вызовет ее растворения.

Ненасыщенным является раствор с концентрацией меньшей, чем концентрация насыщенного раствора. Если к нему добавить твердую соль, по крайней мере, часть ее растворится.

Наконец, косвенным путем можно получить растворы, в которых концентрация растворенного вещества выше, чем в насыщенном растворе. Такой раствор называется пересыщенным. Подобное состояние неустойчиво. Если к пересыщенному раствору добавить буквально один-два кристаллика растворенного вещества, мельчайшие кусочки стекла и т.п., они сыграют роль центров кристаллизации и начнется интенсивное выпадение кристаллов из раствора – до тех пор, пока концентрация его не станет равной концентрации насыщенного раствора. Иногда для снятия пересыщения достаточно встряхнуть стакан с раствором.

Метод перекристаллизации основан на различной растворимости вещества в данном растворителе в зависимости от температуры. Под растворимостью понимают содержание растворенного вещества в насыщенном растворе. Растворимость обычно выражается в граммах растворенного вещества на 100 граммов растворителя или 100 мл растворителя (для воды эти величины совпадают). Встречается и другой способ выражения растворимости – в граммах на 100 грамм раствора. Поэтому при работе со справочной литературой следует обратить внимание на то, каким способом выражена растворимость. Зависимость растворимости веществ от температуры выражается кривыми растворимости.

Принцип перекристаллизации состоит в получении насыщенного при высокой температуре раствора данного вещества. С понижением температуры растворимость большинства веществ уменьшается, поэтому при охлаждении горячего насыщенного раствора часть вещества будет выделяться из раствора в виде, как правило, хорошо оформленных кристаллов. Если раствор охлаждать медленно, выпадают крупные кристаллы, если быстро – мелкие.

Нерастворимые примеси отделяются на первой стадии – при растворении основного вещества, а растворимые – на второй: при кристаллизации основного вещества они остаются в растворе. Однако незначительное количество примесей при кристаллизации захватывается основным веществом за счет адсорбции, поэтому перекристаллизацию повторяют иногда несколько раз.

Процесс перекристаллизации состоит из нескольких этапов: приготовление насыщенного раствора, фильтрование горячего раствора, охлаждение, кристаллизация, отделение кристаллов от маточного раствора.

Перекристаллизацию проводят по следующей схеме:

1. Основываясь на данных по растворимости, рассчитывают теоретический процент потерь при перекристаллизации, на основании этого – необходимую навеску вещества и объем воды. Необходимо взять приблизительно 20% избыток вещества и растворителя по отношению к необходимому.

2. Растворяют вещество при нагревании в дистиллированной воде или в подходящем органическом растворителе при определенной температуре. В горячий растворитель небольшими порциями вводят кристаллическое вещество до тех пор, пока оно перестанет растворяться, то есть образуется насыщенный при данной температуре раствор.

3. Горячий раствор отфильтровывают на воронке для горячего фильтрования.

4. Охлаждают полученный маточный раствор сначала до комнатной температуры, а затем до 0 °С в охлаждающей смеси.

5. Выпавшие кристаллы переносят на воронку Бюхнера и промывают холодным маточным раствором (если вещество плохо растворяется в воде, можно дополнительно промыть его холодной дистиллированной водой).

5. В зависимости от свойств перекристаллизуемого вещества, его высушивают на воздухе, между листами фильтровальной бумаги или в электрическом сушильном шкафу.

6. Взвешивают полученное вещество, рассчитывают процент потерь по отношению к массе взятого вещества и с учетом растворимости вещества в воде при 0 °С

При перекристаллизации веществ, растворимость которых мало изменяется с изменением температуры, применяют метод высаливания.

К растворам таких веществ добавляют вещества, понижающие их растворимость. Растворимость электролита уменьшается при введении в раствор другого электролита с одноименным ионом. Например, при введении ионов хлора Cl^- в насыщенный раствор хлорида натрия $\text{NaCl}_{(\text{кр})} \leftrightarrow \text{Na}^+ + \text{Cl}^-$ равновесие смещается влево, в результате чего выпадают кристаллы соли, не содержащие примесей.

Возгонка (или сублимация) – это процесс превращения твердого вещества в газообразное (без стадии плавления, минуя жидкое состояние) и последующей кристаллизации образовавшихся паров на охлаждаемой поверхности.

Возгонкой пользуются тогда, когда основное вещество обладает, а примеси не обладают свойством возгоняться. Возгонкой можно очистить йод, хлорид аммония, серу, нафталин и др.

От перекристаллизации возгонка отличается более высоким выходом чистого продукта и происходит при более низкой температуре, чем температура плавления вещества. Ее применяют тогда, когда нельзя очистить вещество перекристаллизацией, так как оно разлагается при температуре плавления. Возгоняемое вещество нагревают. Достигнув температуры возгонки, твердое вещество без плавления переходит в пар, который конденсируется в кристаллы на поверхности охлажденных предметов.

Но, с другой стороны, возгонка – длительный процесс, поэтому данный метод используют для очистки небольших количеств веществ. Область применения данного метода ограничена тем, что не все твердые вещества способны сублимироваться.

Фильтрование заключается в пропускании суспензии через пористую перегородку – фильтр, задерживающий твердые частицы. Фильтром может служить специальная бумага, ткань, пористая керамика, пористое стекло, слой песка и другие пористые материалы. При обычных условиях фильтрование идет медленно. Для ускорения его проводят под вакуумом: в приемнике для жидкости с помощью насоса создают разрежение, вследствие чего на жидкость над фильтром начинает действовать атмосферное давление, и чем больше разность давлений (атмосферного и в приемнике), тем быстрее идет фильтрование.

Перегонка (или дистилляция) применяется для очистки жидкостей от растворенных примесей, а также для разделения жидких веществ с различной температурой кипения. Перегонка основана на превращении жидкости в пар с последующей конденсацией пара в жидкость. По сравнению с перекристаллизацией перегонка при меньших затратах времени дает, как правило, больший выход чистого продукта. Перегонкой пользуются тогда, когда перегоняемые вещества при нагревании не претерпевают каких-либо изменений или когда очищаемые жидкости имеют определенную разницу температур, но не слишком высокую температуру кипения.

Различают три способа перегонки жидкостей:

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

Простая перегонка применяется тогда, когда надо отделить целевой продукт от практически нелетучих примесей. Например, очистка воды от нелетучих солей. Для этого собирают традиционную установку, состоящую из перегонной колбы (колбы Вюрца), прямого холодильника и приемника (рис. 38).

Перегонную колбу заполняют перегоняемой жидкостью не более чем на $\frac{2}{3}$ ее объема, но и не менее чем на $\frac{1}{2}$ объема колбы. Когда весь прибор собран, тщательно проверяют, хорошо ли подобраны пробки, правильно ли установлен термометр. Включают воду для охлаждения холодильника. Подставляют приемник

для сбора перегоняемой жидкости и начинают нагревать раствор до кипения. Колбу нагревают на водяной (песчаной или масляной) бане, реже на пламени горелки через асбестовую сетку. Температуру паров отгоняемого вещества измеряют термометром, установленным на 1 см ниже отводной трубки колбы Вюрца. Для предотвращения внезапного вскипания перегоняемой жидкости и попадания ее в холодильник в колбу кладут длинные капилляры, запаянные с одного конца или небольшие кусочки фарфора (кипелки).

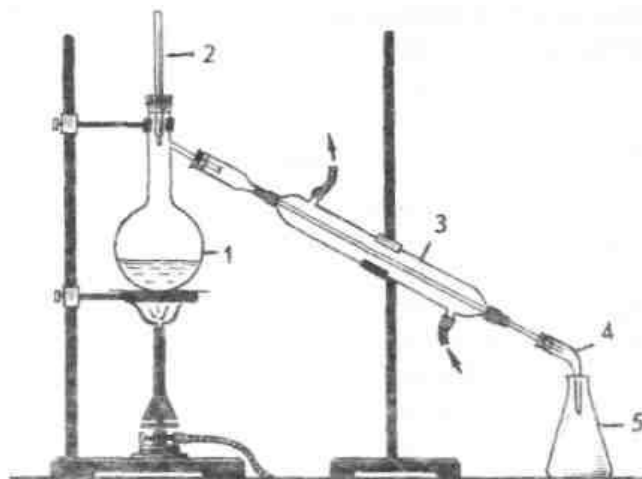


Рис. 38. Установка для перегонки жидкостей: 1 – колба Вюрца, 2 – термометр, 3 – холодильник, 4 – аллонж, 5 – колба-приемник

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

Методы очистки газов. Получаемые в химических реакциях газы содержат пары воды и примеси других газов, которые образуются вследствие протекания побочных реакций. Для очистки газов от примесей рекомендуется использовать реагенты, приведенные в табл. 6. Для осушки газов предлагается несколько реагентов, которые отличаются способностью к поглощению паров воды (табл. 7). При выборе реагента следует учитывать его отношение к очищаемому газу. Например, газы, обладающие кислотными свойствами, взаимодействуют с основаниями и основными оксидами, газы с основными свойствами – с кислотами, восстановители – с окислителями. Другие примеси из газов удаляют с помощью веществ, которые связывают или разлагают эти примеси. Так, получаемый в аппарате Киппа из технического цинка и серной кислоты водород может быть загрязнен сероводородом, сернистым газом и водородными соединениями мышьяка и сурьмы. Очистку и высушивание водорода осуществляют, пропуская его через растворы перманганата калия, нитрата свинца (II) и серной кислоты. Перманганат калия окисляет сероводород, сернистый газ и водородные соединения мышьяка и сурьмы. Раствор нитрата свинца (II) служит для контроля на полноту окисления сероводорода: если сероводород перманганатом калия полностью не окисляется,

то образуется черный осадок сульфида свинца (II). Серная кислота используется как осушитель.

Оксид углерода (IV), получаемый в аппарате Киппа из мрамора и соляной кислоты, содержит примесь хлороводорода. От него освобождаются пропусканием газа через воду, а сушат углекислый газ веществами, с которыми он не взаимодействует, – серной кислотой, оксидом фосфора (V) и другими веществами, не обладающими основными свойствами.

Возможны самые разные схемы очистки в зависимости от требуемой степени чистоты, химической природы получаемых газов и сопровождающих их примесей. Поэтому перед получением газов следует продумать и выбрать наиболее рациональные схемы очистки с учетом эффективности поглощения примесей используемыми реагентами.

Таблица 6

Рекомендуемые реагенты и поглотители для очистки газов от примесей

Примесь	Реагент или поглотитель
Пары воды	Безводный хлорид кальция Концентрированная серная кислоты Оксид фосфора (V) Силикагель, цеолиты Гранулированный гидроксид калия или натрия
Хлороводород	Вода
Бром, йод	Фосфор красный
Оксида азота (II)	Концентрированная азотная кислота
Оксид азота (IV)	Раствор гидроксида натрия
Оксид углерода (IV)	Раствор гидроксида натрия
Оксид серы (IV), сероводород	Раствор гидроксида натрия, подкисленный насыщенный раствор перманганата калия
Арсин	Подкисленный насыщенный раствор перманганата калия

Таблица 7

Осушители для газов

Вещество	Примечание
Сульфат меди (II)	Нельзя использовать для осушки аммиака, используется преимущественно в эксикаторах
Хлорид кальция	Нельзя использовать для осушки аммиака, фтороводорода
Гидроксид натрия	Неприменим для газов, взаимодействующих со щелочами
Гидроксид калия	Неприменим для газов, взаимодействующих со щелочами

Сульфат кальция	Нейтральный
Концентрированная серная кислота	Обладает окислительными свойствами. Неприменима для осушки сероводорода, аммиака, водорода, бромоводорода
Силикагель	Регенерируется при 300 °С
Оксид фосфора (V)	Нельзя использовать для осушки аммиака, галогеноводородов

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Воскресенский, П.И. Техника лабораторных работ / П.И. Воскресенский – М.: Химия, 1973. – 578 с.
2. Захаров, Н.Л. Начала техники лабораторных работ / Н.Л. Захаров – Л.: Химия, 1981. – 192 с.
3. Дорофеев, А.И. Практикум по неорганической химии / А.И. Дорофеев, М.И. Федотова. – Л.: Химия, 1990. – 240 с.
4. Лабораторный практикум по общей химии / под ред. С.А. Погодина. – М.: Высшая школа, 1972. – 192 с.
5. Практикум по неорганической химии: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / В.А. Алешин, К.М. Дунаева, А.И. Жиров и др.; под ред. Ю.Д. Третьякова – М.: Издательский центр «Академия», 2004. – 384 с.
- 6.. Практикум по общей химии: учеб. пособие / под ред. С.Ф. Дунаева – М.: Изд-во МГУ, 2005. – 336 с.
7. Платонов, Ф.П. Практикум по неорганической химии: учеб. пособие для с.-х. и биол. специальностей вузов / Ф.П. Платонов, З.Е. Дейкова. – М.: Высшая школа, 1985. – 255 с.
- 8.. Степин, Б.Д. Техника лабораторного эксперимента в химии / Б.Д. Степин – М.: химия, 1999. – 600 с.
9. Семенов, А.С. Охрана труда и техника безопасности по химии / А.С. Семенов – М.: Просвещение, 1981. – 141 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

1. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ. ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ	3
1.1. Общие правила работы в химической лаборатории.....	3
1.2. Правила безопасности при работе в лаборатории	5
1.3. Химические и термические ожоги. Правила безопасности при работе с концентрированными кислотами и щелочами	6
1.4. Работа с ядовитыми и вредными веществами.....	8
1.5. Правила безопасности при работе с пожароопасными и взрывоопасными веществами.....	9
1.6. Правила и средства ликвидации пожаров в химической лаборатории	10
1.7. Поражение электрическим током.....	11
1.8. Оказание медицинской помощи при кровотечениях от порезов	12
1.9. Правила безопасности при работе с натрием	12
1.10. Правила безопасности при работе с ртутью и ее соединениями	12
2. ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА, РЕАКТИВЫ	14
2.1. Стеклянная химическая посуда	14
2.2. Фарфоровая посуда	18
2.3. Мерная посуда	19
2.4. Правила работы с химической посудой.....	20
2.6. Химические реактивы.....	21
3. ЛАБОРАТОРНЫЕ НАГРЕВАТЕЛЬНЫЕ ПРИБОРЫ.....	23
3.1. Спиртовые и газовые горелки.....	24
3.2. Бани и колбонагреватели.....	26
3.3. Электрические плитки	27
3.4. Электрические печи	27
4. ОСНОВНЫЕ ПРИЕМЫ РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ.....	29
4.1. Взвешивание	29
4.2. Измерение объемов	30
4.3. Измельчение веществ.....	31
4.4. Приготовление растворов.....	31
4.5. Приемы нагревания и охлаждения	33
5. ФИЛЬТРОВАНИЕ И ЦЕНТРИФУГИРОВАНИЕ. ВЫСУШИВАНИЕ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ.....	36
5.1. Фильтрация. Фильтрующие материалы.....	36
5.2. Способы фильтрации. Фильтрация через химическую воронку	38
5.3. Фильтрация при пониженном давлении	40
5.4. Центрифугирование	42
5.5. Высушивание твердых веществ.....	42
6. ОБЩИЕ ПРИЕМЫ РАБОТЫ С ГАЗАМИ.....	44
6.1. Правила работы с газами. Газовые баллоны	44

6.2. Получение газов	44
6.3. Хранение газов	46
6.4. Получение газов термическим разложением твердых веществ	48
6.5. Собираение газов	48
6.7. Меры предосторожности при работе с газами.....	52
7. ИДЕНТИФИКАЦИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ.....	53
7.1. Исследование химических свойств	53
7.2. Микроскопическое исследование.....	53
7.3. Определение температур плавления и кипения.....	53
7.4. Определение плотности жидкости	54
8. СПОСОБЫ ОЧИСТКИ ВЕЩЕСТВ ОТ ПРИМЕСЕЙ	55
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	60