

## ЛАБОРАТОРНЫЕ ОПЕРАЦИИ

### Смешивание твёрдых веществ

Для получения однородной смеси составные части её должны быть измельчены приблизительно до одинаковой величины зерен. Чем тоньше было измельчение, тем однороднее может быть полученная смесь.

#### СПОСОБЫ:

- перекатывание на листе фильтровальной бумаги,
- пересыпание из одной банки в другую под тягой не менее 10 раз,
- просеивание через сита, имеющих диаметр отверстий в 2-3 раза превышающих диаметр зерен смешиваемых веществ,
- механическое смешивание в смесителях ( 0,5 – 1 кг вещества ).

### Перемешивание жидкостей

Перемешивание необходимо:

- при растворении твердых веществ в жидкости,
- при растворении жидкости в жидкости.

#### СПОСОБЫ:

- перемешивание вручную при помощи стеклянной палочки в стакане,
- при перемешивании в колбе её вращают, придерживая за горло,
- в закрытом сосуде перемешивают путем встряхивания или многократного перевертывания его.
- вязкие жидкости перемешивают горячими, обернув сосуд полотенцем,
- при перемешивании летучих жидкостей обязательно нужно придерживать пробку, так как в сосуде развивается повышенное давление вследствие испарения растворителя и пробка может выскочить,
- для механического перемешивания используют специальные мешалки (роторные, магнитные) – для невязких жидкостей,
- перемешивание при растворении (при серийном выполнении анализов) проводят с помощью встряхивателей,
- электронный вибратор позволяет регулировать частоту колбаний.
- перемешивание воздухом или инертным газом ( барботирование ).

**Нагревание** – одна из важнейших лабораторных операций.

Для её выполнения применяют различные нагревательные приборы:

- 1.Электрические плитки и колбонагреватели.
- 2.Жидкостные нагревательные приборы – водяные, глицериновые, парафиновые или масляные бани.

3. Газовые нагревательные приборы – горелки Теклю и Бунзена, а также обычные бытовые газовые плиты.

Нагревание можно проводить непосредственно голым пламенем, на асбестовых сетках, банях, электронагревательных приборах.

Следует помнить, что голым пламенем можно нагревать термостойкую посуду: фарфоровые, шамотные и металлические ( из платины, никеля, железа и др.) тигли, а также посуду из кварцевого стекла.

При нагревании химической посуды из стекла пользуются асбестовыми сетками.

Нагревание летучих и легковоспламеняющихся жидкостей( диэтиловый эфир, спирты, бензол, петролейный эфир и др.) проводят на водяных банях.

**Прокаливанием** называют операцию нагревания твердых веществ до высокой температуры ( выше  $400^{\circ}\text{C}$  ) с целью:

- освобождения от летучих примесей,
- достижения постоянной массы,
- проведения реакций, протекающих при высокой температуре,
- озоления после сжигания органических веществ.

безвозжигания кристаллогидратов, например:  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Прокаливание ведут:

- на газовых плитах ( в стальных сковородках, фарфоровых и шамотных тиглях ),
- на газовых горелках,
- в муфельных печах (начало красного каления -  $520^{\circ}\text{C}$ , темно-красное каление -  $700^{\circ}\text{C}$ , вишнево-красное каление -  $850^{\circ}\text{C}$ , ярко-красное каление -  $950^{\circ}\text{C}$ , желтое каление -  $1100^{\circ}\text{C}$ , ослепительно белое каление -  $1500^{\circ}\text{C}$ . ) в специальной посуде (тигли фарфоровые, платиновые, кварцевые и др. )

**Выпаривание** – удаление растворителя путем его испарения с целью получения твердого вещества. Скорость испарения жидкости зависит от температуры, давления, площади поверхности испарения. Скорость испарения увеличивается, если над испаряемой жидкостью продувать воздух.

Посуда – фарфоровые чашки, чашки Петри. Раствор наливают так, чтобы до краев чашки оставалось не менее 2-3 см, если чашка большая ( или  $2/3$  высоты чашки ). Выпаривают растворы на водяных банях, соблюдая равномерность нагрева.

**Упаривание** – частичное удаление растворителя с целью повышения концентрации вещества в растворе.

**Высушивание** – процесс удаления остатков воды, а также остатков органических растворителей.

Способы высушивания:

- высушивание с помощью молекулярных сит, т.е. цеолитов ( для газов и жидкостей )
- высушивание путем поглощения паров воды гигроскопическими веществами: хлоридом кальция, оксидом фосфора, конц. серной кислотой. Эксикаторы. Хлоркальциевые трубки. Поглотительные склянки.
- высушивание путем химического связывания воды, например, обезвоживание бензола с помощью металлического натрия, то есть для высушивания органических растворителей используют вещества, химически связывающие воду и не реагирующие с растворителем.
- негигроскопические вещества можно сушить на воздухе при комнатной температуре или в сушильных шкафах при более высокой температуре ( обычно 105-110°C ).

**Охлаждение** применяют, если требуется температура ниже 0°C. Для этих целей пользуются так называемыми охлаждающими смесями. Имеется немало различных рецептов изготовления таких смесей.

Наиболее распространенными и легко доступными являются следующие охлаждающие смеси:

1. 3 части снега или толченого льда с 1 частью поваренной соли – температура -21°C. Уменьшая количество соли, можно получить более высокую температуру.

Содержание соли, %	6	8	12	16	20	24	28
Температура, °C	-3,5	-4,9	-7,5	-10,5	-13,1	-16,3	-19,3

2. Смешивают 1,5 части кристаллогидрата хлорида кальция ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) с одной частью снега. Эта смесь может дать температуру до -55 °C.
3. Смешивают твердый углекислый газ ( сухой лед ) и диэтиловый эфир; температура смеси может достигать -78 °C.

Для достижения очень низких температур применяют сжиженные газы, чаще всего жидкий азот (температура кипения -196 °C) или жидкий

гелий (температура кипения  $-269\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Эти газы (в жидком состоянии) хранят в сосудах Дьюара.

Для получения температур до  $0^{\circ}\text{C}$  используют холодную воду, смесь льда с ходой, а также холодильники.

**Перекристаллизации** один из способов очистки кристаллического вещества от примесей.

Очищаемое вещество растворяют в возможно малом объеме горячей воды, раствор отфильтровывают от нерастворимых примесей и фильтрат быстро охлаждают. Вследствие уменьшения растворимости при охлаждении часть - нияющие вещества, присутствующие в значительно меньших количествах, чем основное вещество, не выкристаллизовываются, а остаются в маточном растворе. Отделив кристаллы от маточного раствора фильтрованием, получают более чистое вещество. Иногда однократной перекристаллизацией не удается очистить вещество, тогда её повторяют 2-3 раза. Перекристаллизацией нельзя очистить вещество от загрязнений, участвующих в построении кристаллической решетки очищаемого вещества.

**Фильтрование** – способ отделения осадка от фильтрата. Осадки фильтруют через бумажные фильтры или фильтрующие воронки или тигли с пористым стеклянным дном.

Характеристика бумажных фильтров, используемых в химической лаборатории

Тип фильтра	Размер пор, нм	Применение
Зольные	8-10	Для синтетических работ
Желтая лента	8-10	Для анализа масел
Красная лента	8-10	Для аморфных осадков
Белая лента	3-5	Для кристаллических осадков
Синяя лента	1-2,5	Для мелких крист. осадков

Для увеличения скорости фильтрования в некоторых случаях его выполняют с применением водоструйного насоса (на воронке Бюхнера, которая вставляются в колбу Бунзена).