

Міністерство освіти і науки України
Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут»

ТЕХНІКА ХІМІЧНОГО ЕКСПЕРИМЕНТУ

Методичні вказівки

до виконання лабораторних робіт
з дисципліни «Техніка хімічного експерименту»
для студентів
напряму підготовки 6.051301 «Хімічна технологія»
програми професійного спрямування «Технічна електрохімія»

Затверджено Методичною радою ХТФ НТУУ «КПІ»

Київ
НТУУ «КПІ»
2013

Техніка хімічного експерименту [Текст] : Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Техніка хімічного експерименту» для студентів напряму підготовки 6.051301 «Хімічна технологія» програми професійного спрямування «Технічна електрохімія» / Уклад.: О. В. Косогін, О. В. Лінючева. – К.: НТУУ «КПІ», 2013. – 103 с.

Гриф надано Методичною радою НТУУ «КПІ»

(Протокол № від)

Електронне навчальне видання
Техніка хімічного експерименту
Методичні вказівки
до виконання лабораторних робіт
з дисципліни «Техніка хімічного експерименту»
для студентів напряму підготовки 6.051301 «Хімічна технологія»
програми професійного спрямування «Технічна електрохімія»

Укладачі: *Косогін Олексій Володимирович*, канд. техн. наук, доцент
Лінючева Ольга Володимирівна, докт. техн. наук, проф.

Рецензент:

Відп. редактор *Лінючева Ольга Володимирівна*, докт. техн. наук, проф.

Надруковано з оригінал-макета замовника

ЗМІСТ

Вступ.....	4
Загальні положення.....	5
1. Правила поведінки в лабораторії.....	5
2. Порядок виконання лабораторних робіт	6
3. Загальні вимоги до оформлення лабораторних робіт	7
Лабораторна робота 1. Робота з лабораторним посудом	12
Лабораторна робота 2. Робота з терезами та зважування	21
Лабораторна робота 3. Вимірювання в лабораторній практиці	30
Лабораторна робота 4. Робота з мірним посудом.....	44
Лабораторна робота 5. Приготування розчинів різної концентрації.....	55
Лабораторна робота 6. Визначення густини та концентрації розчинів.....	65
Лабораторна робота 7. Визначення електродних потенціалів	76
Лабораторна робота 8. Робота з газами в лабораторії.....	90
Список рекомендованої літератури.....	100
Додатки.....	102

ВСТУП

Виконання будь-якого хімічного експерименту потребує навичок роботи з лабораторним обладнанням та володіння технікою експерименту. Це є особливо актуальним у зв'язку із зростаючим відривом шкільної підготовленості студентів з хімії від реальних вимог вищих навчальних закладів.

Дисципліна "Техніка хімічного експерименту" призначена для набуття навичок роботи в лабораторії, оволодіння теоретичними та практичними знаннями з властивостей матеріалів та опанування методів виконання різних видів робіт в лабораторії, що дозволить ефективно виконувати лабораторний практикум з усіх дисциплін хімічного профілю.

Лабораторні роботи мають на меті ознайомити студентів з технікою проведення певних операцій в хімії, призначені навчити основним прийомам роботи в хімічній лабораторії і привчити студентів до неухильного виконання вимог техніки безпеки.

ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ

1. Правила поведінки в лабораторії

З перших днів роботи в лабораторії студент повинен привчити себе до акуратності й уваги, відсутність яких нерідко буває причиною перекручування результатів експерименту, а також може привести до нещасних випадків. Основним місцем виконання лабораторних робіт є робочий стіл, на якому необхідно дотримувати чистоту й порядок. Під час проведення досліду на робочому місці не повинно бути нічого зайвого; всі предмети необхідно розставити в певному порядку так, щоб їх зручно було брати, не зачепивши за предмети, що розташовані поряд. При виконанні лабораторних робіт *всі спостереження потрібно записувати в спеціальний зошит – лабораторний журнал – безпосередньо після кожного досліду*. Не слід робити запису в чернетках і на окремих аркушах паперу, тому що вони можуть легко загубитися.

У роботі потрібно користуватися тільки незабрудненими реактивами, чистим посудом і пристроями, промитими дистильованою водою. Склянки з реактивами загального користування повинні перебувати на певному місці; їх не можна переносити на робочі столи. Необхідно працювати без зайвої квапливості, не проливати й не просипати реактиви. Якщо все-таки це трапилось, *не можна зсипати забруднений реактив назад у склянку із чистим реактивом*, а потрібно зібрати його й передати лаборантові. Стіл (або інший забруднений предмет) потрібно негайно ж вимити й витерти.

Необхідно проявляти дбайливе відношення до пристроїв і реактивів. Дорогі та отруйні реактиви після проведення з ними роботи не можна виливати в раковину. До таких реактивів відносяться розчини, що містять сполуки срібла, ртуті тощо. Їх потрібно зливати в спеціальні склянки. Кидати папір, бите скло та ін. можна тільки в спеціальні посудини і смітники. *Гарячі предмети можна ставити тільки на азбестовий картон!*

У лабораторії слід дотримуватися правил безпечної роботи. Не можна

працювати з легкозаймистими речовинами поблизу запаленого пальника. *З отруйними та речовинами з сильним запахом необхідно працювати під витяжною шафою!* Виконуючи досліди, потрібно користуватися розчинами тільки зазначеної концентрації й дотримуватись рекомендованого дозування. Заборонено проводити додаткові досліди без дозволу викладача.

Якщо під час роботи будуть проліті кислота або луг у великій кількості, потрібно повідомити про те, що трапилося, лаборантові. Видаляти кислоту й луг треба швидко, тому що ці реактиви псують стіл й інші предмети, і обережно, щоб не пропалити одяг і не пошкодити руки. Особливо обережно необхідно поводитись з концентрованими лугами й кислотами. *При всіх нещасних випадках необхідно негайно звертатися до викладача або допоміжного персоналу!*

Після закінчення лабораторної роботи необхідно здати навчально-допоміжному персоналу залишки реактивів і обладнання та повністю прибрати своє робоче місце.

2. Порядок виконання лабораторних робіт

Всі лабораторні роботи починаються з допуску до лабораторної роботи та проходження вступного інструктажу з техніки безпеки, після чого кожна бригада студентів одержує завдання. Кожен студент повинен під час виконання роботи вести власний лабораторний журнал, в який заноситься *уся* поточна інформація, починаючи з дати виконання, назви лабораторної роботи, кліматичних умов в лабораторії (температура, вологість, тиск), завдання для виконання (*має бути обов'язково підписане викладачем*). Усі дані заносяться в журнал розбірливо, величини мають бути пояснені, завжди необхідно виписувати літературу, з якої отримують певні величини - це привчає до порядку в лабораторії та дозволяє виключити помилки при оформленні завершеної роботи. Результати вимірювань, а також довідникові та вихідні дані зводять у таблиці для полегшення сприйняття. Графіки будують на міліметровому папері з точним позначенням величин та одиниць їх

вимірювання на осях координат, наводять ціну поділки на осях. Також в лабораторному журналі наводять тип та марку приладів, на яких проводились вимірювання. Отримані результати студенти мають обов'язково продемонструвати викладачу, який має їх підписати.

Наприкінці лабораторного заняття студенти повинні здати викладачу на перевірку повністю оформлені протоколи, які мають містити наступні структурні елементи:

- титульний аркуш;
- назва лабораторної роботи;
- мета роботи;
- перелік обладнання та реактивів, які використовувались у роботі;
- короткі теоретичні відомості;
- завдання до виконання лабораторної роботи;
- методика виконання роботи;
- одержані результати і проведені розрахунки;
- висновки (якщо необхідно);
- список використаної літератури (перелік посилань).

Оформлювати протоколи виконаних робіт необхідно у відповідності до вимог ДСТУ 3008–95 «Документація. Звіти у сфері науки і техніки. Структура і правила оформлення».

3. Загальні вимоги до оформлення лабораторних робіт

Звіт з лабораторних робіт виконують рукописним способом на одному боці аркуша білого паперу формату А4 (210×297 мм) до тридцяти рядків на сторінці. Мінімальна висота літер 1,8 мм. Текст роботи наводять, залишаючи поля таких розмірів: ліве – 20...25 мм, праве – 10...15 мм, верхнє – 20 мм, нижнє – 20 мм. Щільність тексту повинна бути однаковою.

Помилки, описки і графічні неточності можна виправляти підчищенням або зафарбуванням білою фарбою і нанесенням на тому ж місці або між рядками виправленого тексту (фрагменту малюнка).

Нумерацію сторінок, розділів, підрозділів, пунктів, підпунктів, рисунків, таблиць, формул подають арабськими цифрами без знака №.

Першою сторінкою звіту є титульний аркуш, який включають до загальної нумерації сторінок. На титульному аркуші номер сторінки не ставлять, на наступних сторінках номер проставляють у правому верхньому куті сторінки без крапки в кінці. Зразок оформлення титульного аркуша наведено в додатку А.

Рисунки і таблиці необхідно подавати в роботі безпосередньо після тексту, де вони згадані вперше, або на наступній сторінці. Ілюстрації позначають словом “Рис.” “Мал.” і нумерують послідовно в межах розділу, за винятком ілюстрацій, поданих у додатках. Номер ілюстрації повинен складатися з номера розділу і порядкового номера ілюстрації, між якими ставиться крапка.

Наприклад: Рис. 1.2 (другий рисунок першого розділу).

Номер ілюстрації, її назва і пояснювальні підписи розміщують послідовно під ілюстрацією. Якщо в роботі подано одну ілюстрацію, то її нумерують за загальними правилами.

Таблиці нумерують послідовно (за винятком таблиць, поданих у додатках) в межах розділу. В правому верхньому куті над відповідним заголовком таблиці розміщують напис “Таблиця” із зазначенням її номера. Номер таблиці повинен складатися з номера розділу і порядкового номера таблиці, між якими ставиться крапка, наприклад: “Таблиця 1.2” (друга таблиця першого розділу). Якщо в роботі одна таблиця, її нумерують за загальними правилами. При перенесенні частини таблиці на інший аркуш (сторінку) слово “Таблиця” і номер її вказують один раз справа над першою частиною таблиці, над іншими частинами пишуть слова “Продовж табл.” і вказують номер таблиці, наприклад: “Продовж. табл.1.2”.

Назви ілюстрацій розміщують після їхніх номерів. За необхідності ілюстрації доповнюють пояснювальними даними (підрисунковий підпис).

Підпис під ілюстрацією зазвичай має чотири основних елементи:

одиниці виміру зазначати у тематичному заголовку, виносити до узагальнюючих заголовків слова, що повторюються.

Боковик, як і головка, потребує лаконічності. Повторювані слова тут також виносять у об'єднувальні рубрики; загальні для всіх заголовків боковика слова розміщують у заголовку над ним.

Таблицю розміщують після першого згадування про неї в тексті, так, щоб її можна було читати без повороту переплетеного блоку дисертації або з поворотом за стрілкою годинника. Таблицю з великою кількістю рядків можна переносити на наступну сторінку. При перенесенні таблиці на наступну сторінку назву вміщують тільки над її першою частиною. Таблицю з великою кількістю граф можна ділити на частини і розміщувати одну частину під іншою в межах однієї сторінки. Якщо рядки або графи таблиці виходять за формат сторінки, то в першому випадку в кожній частині таблиці повторюють її головку, в другому – боковик.

При використанні формул необхідно дотримуватися певних правил. Найбільші, а також довгі і громіздкі формули, котрі мають у складі знаки суми, добутку, диференціювання, інтегрування, розміщують на окремих рядках. Це стосується також і всіх нумерованих формул. Для економії місця кілька коротких однотипних формул, відокремлених від тексту, можна подати в одному рядку, а не одну під одною. Невеликі і нескладні формули, що не мають самостійного значення, вписують всередині рядків тексту.

Пояснення значень символів і числових коефіцієнтів треба подавати безпосередньо під формулою в тій послідовності, в якій вони наведені у формулі. Значення кожного символу і числового коефіцієнта треба подавати з нового рядка. Перший рядок пояснення починають зі слова “де” без двокрапки.

Рівняння і формули треба виділяти з тексту вільними рядками. Вище і нижче кожної формули потрібно залишити не менше одного вільного рядка. Якщо рівняння не вміщується в один рядок, його слід перенести після знака рівності (=), або після знаків плюс (+), мінус (-), множення.

Оформлення списку використаних джерел

Список використаних джерел – елемент бібліографічного апарату, котрий містить бібліографічні описи використаних джерел.

Бібліографічний опис складають безпосередньо за друкованим твором або виписують з каталогів і бібліографічних покажчиків.

Джерела можна розміщувати одним із таких способів: у порядку появи посилань у тексті (найбільш зручний для користування і рекомендований при написанні дисертацій), в алфавітному порядку прізвищ перших авторів або заголовків, у хронологічному порядку.

Відомості про джерела, включені до списку, необхідно давати відповідно до вимог міжнародних і державного стандартів з обов'язковим наведенням назв праць. Зокрема потрібну інформацію щодо згаданих вимог можна отримати з таких стандартів: ДСТУ ГОСТ 7.1:2006 “Система стандартів з інформації, бібліотечної та видавничої справи. Бібліографічний запис. Бібліографічний опис. Загальні вимоги та правила складання (ГОСТ 7.1–2003, IDT)”, ДСТУ 3582–97 “Інформація та документація. Скорочення слів в українській мові у бібліографічному описі. Загальні вимоги та правила”, ГОСТ 7.12–93 “СИБИД. Библиографическая запись. Сокращение слов на русском языке. Общие требования и правила”.

РОБОТА З ЛАБОРАТОРНИМ ПОСУДОМ

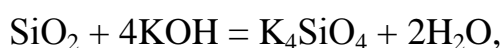
Мета роботи: засвоєння правил роботи в хімічній лабораторії; ознайомлення з різними видами хімічного посуду; опанування навичок приготування сумішей для миття хімічного посуду, набуття вміння миття хімічного посуду.

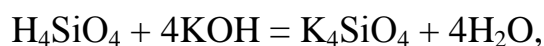
Обладнання та реактиви: зразки посуду різноманітного призначення; волосяні йоржі; склянки на 0,5 дм³ для зберігання розчинів; стакани на 250, 500 см³; скляні палички; шпателі; мірні циліндри 100, 250 см³; технічні терези та набір різноваг; фільтрувальний папір; дистильована вода; розчини 8М H₂SO₄, 6 М HCl, 30 % H₂O₂, 5 % KMnO₄; K₂Cr₂O₇ або Na₂Cr₂O₇, NaHCO₃.

Теоретичні відомості

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

Більша частина хімічного посуду та пристосувань виготовляється зі скла. Твердість і гладкість поверхні полегшує миття скляного посуду, а прозорість дає експериментаторам можливість стежити за ходом хімічних реакцій і фізичних процесів. Скло добре переносить навантаження на стиск, гірше – на вигин, але погано сприймає ударний вплив. Під дією води і водних розчинів солей на скло в результаті розчинення та гідролізу силікатів лужних металів на поверхні скла утворюється захисна плівка з SiO₂. Така плівка досить стійка в нейтральних і кислих розчинах (крім HF), але руйнується в лужних через реакції





які переводять у розчин орто- і полісилікати лужних та інших металів, що входять до складу скла. Для захисту скла від впливу лужного середовища рекомендують створювати на поверхні скляної посудини спеціальну плівку, обробляючи виріб спочатку сульфатною кислотою, розведеною водою у співвідношенні 1:1, а потім, після промивання – розплавленим при 200–300 °С парафіном або стеарином.

Основні вимоги, що висуваються до лабораторного посуду та виробів зі скла – це термічна та хімічна стійкість.

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

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

Перша група – це скло з коефіцієнтом теплового розширення $(70...90) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$, до якого відносяться скло ХС1 марки № 23, тюрінгське (НДР). Скло цієї групи порівняно легкоплавке та схильне до розшарування, при тривалому нагріванні в полум'ї газового пальника скло втрачає прозорість, стає тьмяним, а після охолодження – шорсткувате на дотик.

Друга група – скло з підвищеною термостійкістю, коефіцієнт теплового розширення якого знаходиться в межах $(50...65) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. Сюди відносяться молібденове скло, ДГ-2, «сіал», «іенатерм». Молібденове скло (ЗС-5 та ін.) одержало назву завдяки здатності утворювати вакуумно-щільний спай з металевим молібденом. Хімічно воно менш стійке, ніж інше лабораторне скло, проте легке в складувній обробці.

Третя група – скло з високою термостійкістю та коефіцієнтом теплового розширення $(38...49) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. До них відноситься малолужне боросилікатне скло з високим вмістом оксиду силіцію «пірекс», ТС, «сімакс», «разотерм».

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

Хімічна стійкість – це здатність скла протистояти руйнівному впливу води, кислот, лугів та інших хімічних реагентів. Хімічну стійкість скла визначають по ГОСТ 21400–75, який встановлює класи гідролітичної стійкості (водостійкості), кислотостійкості та лугостійкості скла по втраті маси зразка скла після витримки протягом певного часу у відповідному середовищі.

Згідно із ГОСТ 21400–75, в залежності від хімічної та термічної стійкості в нашій країні для виготовлення лабораторного посуду використовується скло наступних груп:

ХС1	–	хімічно стійке 1 класу
ХС2	–	хімічно стійке 2 класу
ХС3	–	хімічно стійке 3 класу
ТХС1	–	термічно і хімічно стійке 1 класу
ТХС2	–	термічно і хімічно стійке 2 класу
ТС	–	термічно стійке (боросилікатне скло)

Хімічний посуд

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

Весь посуд можна поділити на такі групи:

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

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

3. Мірний посуд (пробірки, піпетки, пікнометри, бюретки, колби, мензурки) – призначений для вимірювання об'єму рідин, визначення густини речовин або приготування розчинів певної концентрації. Заборонено використовувати мірні колби для зберігання розчинів.

Скляний хімічний посуд може раптово розтріскуватися без видимої причини. Часто це відбувається через появу на його поверхні незначних подряпин, що утворюються при механічному очищенні посуду піском, вугіллям, металевою щіткою та іншими твердими предметами. Подряпини можуть з'явитися і тоді, коли посуд ставлять на цеглу, керамічні плитки з нерівною поверхнею. Тому не слід використовувати для нагрівання скляних посудин піскові бані, як це рекомендують у деяких застарілих посібниках.

При закріпленні скляних виробів у штативах часто недооцінюють тиск різних лапок і тримачів при затягуванні гвинта. Скляні предмети необхідно закріплювати в затисках, які обладнані прокладками з еластичних матеріалів.

Очищення і сушіння хімічного посуду

Очищення хімічного посуду визначає якість досліджень, виконаних при повторному її використанні. Найбільш ретельним повинно бути очищення посуду, який застосовується в операціях з особливо чистими речовинами. Поверхня скляних, порцелянових, металевих і полімерних матеріалів може

містити жирові та смолисті забруднення, органічні і неорганічні сполуки та аерозольні частинки. Домішки можуть сорбуватися на поверхні або вимиватися зі стінок хімічного посуду.

На забруднення, що потрапляють у хімічний посуд з повітря, часто не звертають уваги, тому що вони візуально часто непомітні. Тим часом міське повітря містить від $3 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-5}$ г/см³ пилу, до якого входять SiO₂ (до 60 %), Al₂O₃ (до 40 %), Fe₂O₃ (до 16 %), CaCO₃ (до 6 %), MgCO₃ (до 0,8 %), Pb (до 0,05 %), сполуки купруму, натрію, хлориди, сульфати та інші домішки. Зокрема, встановлено, що в 6 М розчині HCl, залишеному на 8 діб у відкритій склянці, з'являється від $2 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-6}$ г плюмбуму. Особливо багато в повітрі хімічних лабораторій домішок гідрогену хлориду, аміаку та амонію хлориду.

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

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

Після цих операцій для подальшого очищення використовують спеціальні миючі суміші.

Хромова суміш складається з калію дихромату і концентрованої сульфатної кислоти (5...9 г $K_2Cr_2O_7$ або $Na_2Cr_2O_7$ на 100 см³ концентрованої H_2SO_4). Ця суміш у результаті реакції



містить деяку кількість хрому (IV) оксиду – більш сильного окисника, ніж дихромат калію і концентрована сульфатна кислота. Суміш руйнує більшість органічних речовин і перетворює плівки та плями оксидів і інших сполук металів у добре розчинні у воді гідросульфати і гідрохромати.

Обробку посуду проводять у витяжній шафі, тому що суміш виділяє отруйний і леткий оксид CrO_3 . Суміш стає непридатною, як тільки вона набуває зеленого забарвлення в результаті відновлення Cr^{6+} в Cr^{3+} . Зберігають суміш у товстостінній порцеляновій склянці, закритій товстою скляною пластинкою. Хромова суміш непридатна для очищення скляних пористих фільтрів та інших пористих мас через сильну адсорбцію іонів хромату порами (фільтри набувають зеленого забарвлення). Іони хрому не вилучаються з пор навіть при багаторазовому кип'ятінні скляних фільтрів у чистій воді.

Перманганатна суміш складається з 3...4 %-вого водного розчину калію перманганату, що містить 1...5 см³ концентрованої H_2SO_4 на 100 см³ розчину. Якщо після обробки такою сумішшю на стінках посуду з'являється бурий наліт MnO_2 , то його видаляють, обполіскуючи посудину концентрованою хлоридною кислотою, водним розчином $H_2C_2O_4$ або 5 %-вим водним розчином гідросульфату натрію $NaHSO_3$. Після обробки посуду одним з перерахованих реагентів його ретельно обполіскують чистою водою. Не рекомендується застосовувати лужну перманганатну суміш для очищення скляних і кварцових посудин. Ознакою відпрацьованості суміші є зникнення її фіолетового забарвлення.

Суміш Комаровського складається з рівних об'ємів 5–6 %-вого водного розчину гідроген пероксиду і 6 М розчину хлоридної кислоти. Її застосовують для видалення поверхневих забруднень зі скла, кварцу та полімерних матеріалів. Ця суміш залишає поверхню більше чистою, чим хромова або

перманганатна. Перед використанням суміш Комаровського підігрівають до 30–40 °С, а після ополіскування посудин чистою водою перевіряють на відсутність у воді іонів Cl^- (проба з AgNO_3).

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

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

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

Методом контролю чистоти відмитої скляної та кварцової поверхні є спостереження за поведінкою на ній водяної плівки. Якщо поверхня вільна від домішок гідрофобних речовин (малорозчинні, не взаємодіючі з водою речовини), то водяна плівка розподіляється тонким рівномірним шаром, змочуючи всю поверхню посудини без розривів у водяній плівці. Забруднена поверхня змочується водою нерівномірно, окремими ділянками. Мінімальна кількість виявлених цим візуальним методом забруднень становить $1 \cdot 10^{-7} \dots 1 \cdot 10^{-5}$ г/см². Більш чутливим є *метод розпилення чистої води* на відмиту поверхню за допомогою пульверизаторів. При відсутності гідрофобних забруднень дрібні крапельки води будуть змочувати поверхню і покривати її

суцільною водяною плівкою. У місцях же забруднень буде спостерігатися скупчення крапель. Метод дозволяє виявити $2 \cdot 10^{-8} \dots 3 \cdot 10^{-7}$ г/см² гідрофобної речовини.

Методика виконання роботи

Кожна бригада студентів одержує набір хімічного посуду. Студенти повинні ознайомитись із запропонованими зразками посуду, після чого замалювати його в протоколах та надати детальний опис – матеріал, призначення, особливості конструкції та роботи з ним. Також зазначається стан поверхні та пропонується порядок очищення.

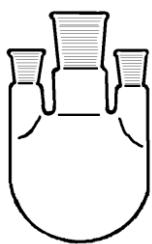
Після ознайомлення з посудом студенти мають приготувати згідно із завданням викладача одну із описаних вище хімічних сумішей для миття посуду, при цьому необхідно дотримуватись усіх вимог техніки безпеки. Суміш готується змішуванням компонентів у термостійкому хімічному стакані і потім переливається в заздалегідь заготовлену склянку, яку потім закривають та наклеюють на бічну поверхню етикетку із необхідною інформацією. Приготовлена хімічна суміш надалі використовується для миття посуду.

Миття запропонованих зразків посуду проводять згідно із встановленим порядком, корегуючи його відповідно до стану поверхні, – спочатку миття за допомогою йоржиків, потім знежирюючими розчинами і далі за допомогою хімічних сумішей із ретельним промиванням водопровідною водою між операціями та дистильованою – наприкінці миття. Після очищення посуду проводять аналіз контролю чистоти поверхні та сушать посуд. Відмитий та висушений посуд має бути продемонстрований викладачу.

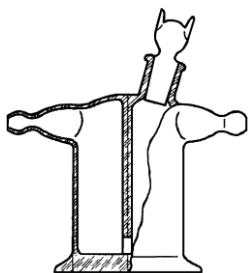
Приклади завдань

Завдання 1. Описати призначення запропонованих зразків хімічного посуду та стан його поверхні. Приготувати 250 см³ хромової (перманганатної, Комаровського) суміші та виконати миття отриманого посуду.

Приклад опису завдання



Колба круглодонна з трьома горловинами, призначена для перегонки під вакуумом та проведення різних препаративних робіт, що вимагають підведення термометра, мішалки тощо. Надана колба виготовлена з боросилікатного скла, термостійка. Зсередини колби наявні забруднення у вигляді нальоту бурого кольору. Запропонований порядок очищення: механічне за допомогою йоржика, миття теплим содовим розчином, миття хромовою сумішшю, ретельне промивання дистильованою водою.



Склянка Тищенка, призначена для очищення газів від домішок пропусканням через рідкий поглинач. Виготовлена зі звичайного скла, обладнана трьома тубусами (два для пропускання газу і один для наливання поглинача) та скляною перегородкою, в нижню частину якої впаяний фільтр з пористого скла. Зсередини склянка має білуватий наліт, який добре змочується водою. Для очищення пропонується миття сумішшю Комаровського з наступним промиванням дистильованою водою.

Питання для самоконтролю

1. Обґрунтуйте вибір матеріалів для виготовлення хімічного посуду.
2. Опишіть основні характеристики хімічного скла.
3. Поясніть необхідність поділу хімічного посуду на групи загального призначення, мірний та спеціальний.
4. Поясніть, яким чином, виходячи із конструктивних особливостей посуду, визначити його призначення.
5. Назвіть основні етапи очищення хімічного посуду.
6. Опишіть основні правила роботи з хімічним посудом.
7. Які існують суміші для миття хімічного посуду?
8. Опишіть роботу з сумішами для миття хімічного посуду та правила їх зберігання.
9. Опишіть способи контролю чистоти поверхні посуду.
10. Назвіть основні забруднювачі, які присутні у повітрі хімічної лабораторії.

РОБОТА 3 ТЕРЕЗАМИ ТА ЗВАЖУВАННЯ

Мета роботи: ознайомлення з принципом роботи аналітичних терезів; засвоєння правил роботи на аналітичних терезах; набуття навичок роботи на аналітичних терезах.

Обладнання та реактиви: шпателі керамічні та металеві; бюкси скляні; скляні баночки з пробками; терези аптекарські; терези учбові ВГУ-1; терези технічні Т-1000, ВА-4М; терези аналітичні ВЛА-200г-М, АДВ-200 М, ВСР-200-10g, ВЛР-200г та набір важків; порошки речовин NaCl, Na₂CO₃, NaHCO₃, SiO₂, MnO₂, CaCl₂·2H₂O, Ti, ZrO₂, фторопласт марки ФТ-4.

Теоретичні відомості

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

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

Терези – прилади для визначення маси тіла. Масу тіла знаходять створенням за допомогою гир (важків) врівноважуючої сили, що повертає рухливу частину терезів у вихідне положення рівноваги, тобто терези є порівнюючим пристроєм.

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

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

По способу створення врівноважуючої сили терези поділяють на *механічні гирьові* (рівноплечі та нерівноплечі) і *квадрантні* (маятниковий врівноважуючий пристрій), *пружинні* (торсіонні), *гідростатичні* та деякі інші.

Методи зважування діляться на дві принципово різні групи – метод порівняння з мірою та метод безпосереднього оцінювання. По методу порівняння з мірою масу вантажу приймають рівній масі порівнюваних з ним гир (просте зважування) або обчислюють як суму значень маси гир і показань терезів (точне зважування). Метод безпосереднього оцінювання полягає у визначенні маси вантажу по відліковому пристрою терезів без застосування гир.

У більшості сучасних механічних лабораторних терезів використовується диференціальний метод зважування, при якому більша частина вимірюваної маси тіла (понад 99 %) врівноважується гирями або противагою (нульовий метод), а мала різниця, що залишилася, між масою зважуваного тіла і масою гир визначається по куту відхилення коромисла від вихідного положення рівноваги (безпосередній метод) за допомогою відлікових шкал.

Лабораторні терези характеризуються рядом параметрів, головні з яких:

1. Гранично припустиме навантаження, у діапазоні якого похибка показань перебуває у встановлених межах. Не можна виходити за межі гранично припустимого навантаження, на яке розрахована дана модель терезів. Занадто велике навантаження може викликати залишкові деформації в коромислі, що приведе до псування терезів.

2. Припустима похибка показань – гранична різниця між дійсним значенням маси зважуваного вантажу і показаннями терезів. Значення похибки характеризує правильність результатів зважування в стандартних умовах і не

може бути менше невиключених похибок гир, застосовуваних при зважуванні і атестації терезів.

3. Припустима варіація (мінливість) показань – гранично припустима різниця показань терезів при кількаразовому зважуванні того самого вантажу в стандартних умовах із застосуванням тих самих гир. Значення варіації характеризує відтворюваність результату зважування і, у значній мірі, точність зважування.

4. Чутливість терезів – мінімальне навантаження, при одноразовому зважуванні якого відносна похибка зважування не повинна перевищувати граничного значення. Визначається як кількість поділок шкали, на які відхиляється стрілка терезів, коли на одну з чаш терезів поміщено вантаж масою 1 мг.

5. Ціна поділки – різниця значень маси, що відповідають двом сусіднім поділкам шкали терезів.

Аналітичні терези

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

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

Будова аналітичних терезів та основні вузли

Найбільш поширеним типом аналітичних терезів в лабораторії є рівноплечі трьохпризменні терези, схема яких наведена на рис. 2.1. Вони складаються з рівноплечого важеля (коромисла) 5 з опорною призмою 4 та двома вантажоприймальними призмами 2. Опорна призма спирається на опорну подушку 3, що нерухомо закріплена в корпусі. До вантажоприймальних призм через вантажоприймальні подушки 1 підвішені симетричні підвіски 10, горизонтальні ділянки (чаші) яких слугують площадками для встановлення вантажу 9 та важків 6. До коромисла 5 прикріплена стрілка 7, яка обладнана мікрошкалою 8. Збільшене зображення мікрошкали за допомогою спеціальної проекційної системи проектується на екран відлікового пристрою (рис. 2.2). Такі пристрої називають *вейтографами*, і вони дозволяють доводити точність відліку до 0,001...0,005 мм. Промінь світла від *освітлювача* 1, розташованого позад терезів, проходить через *лінзи* 2 і вікно в колонці коромисла і *мікрошкалу* 3, закріплену в нижній частині стрілки терезів. Потім промінь світла попадає в *об'єктив* 4, встановлений перед стрілкою, а після нього, відбившись від двох *дзеркал* 5, падає на матовий *екран* 6, на якому як відліковий знак нанесена риска. Дослідник бачить на екрані в збільшеному виді проекцію мікрошкали,

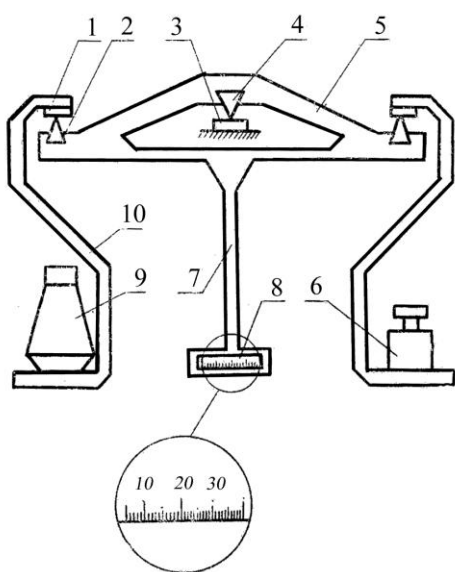


Рисунок 2.1 – Схема рівноплечих терезів. Пояснення в тексті.

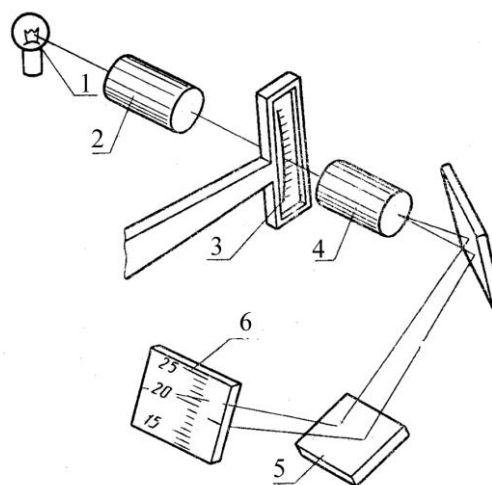


Рисунок 2.2 – Схема вейтографа. Пояснення в тексті.

поділки якої переміщуються відносно вертикальної (в деяких типах терезів – горизонтальної) риски.

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

Опускати аретир треба дуже повільно, щоб призми м'яко стикнулися з опорними подушками, а не вдарилися об них. Тільки тоді, коли коромисло терезів почне погойдуватися і зсуне кінець стрілки, можна трохи прискорити рух аретира і опустити його до кінця. Поки терези не аретовані, нічого не можна поміщати на чашки, знімати з них що-небудь або взагалі торкатись терезів, відкривати або закривати бічні дверцята (піднімати передню).

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

У пластинчастому демпфері роль верхнього стакану виконує плоский диск-поршень, жорстко скріплений з кінцем коромисла терезів. Диск

пересувається в стакані з невеликим радіальним зазором. Такий демпфер застосовують переважно у двохпризменних терезах.

Чутливість терезів залежить від відстані між центром ваги коромисла і лінією опори ребра опорної призми. Щоб терези стали більш чутливі, тобто щоб менший вантаж відхиляв стрілку на більший кут, треба зменшити значення цієї відстані. Для цього на аналітичних терезах підгвинчують гайку нагору по гвинту, встановленому вертикально над коромислом, або переміщують спеціальну муфточку на стрілці терезів. Зайве збільшення чутливості терезів не рекомендується, тому що при цьому сильно зростає період коливань стрілки, а виходить, і час, необхідний на зважування. Тому встановлюють центр ваги на такій висоті, щоб вантаж 1 мг викликав відхилення стрілки не більше ніж на 3–4 поділки шкали.

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

Похибки зважування і їхнє усунення

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

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

Похибок через неточну масу гир уникають, враховуючи виправлення, зазначені у свідченнях фірм, що випускають гирі. Крім того, при зважуванні порожньої посудини, а потім цієї ж посудини з речовиною, варто користуватися

тими самими гирями. Поміщати гирі на чашку терезів або навішувати їх на коромисло треба завжди в тому самому порядку. Треба починати з гирі, приблизно рівної по масі зважуваному предмету, а потім уже користуватися гирями в порядку зменшення їхніх мас. Аретир при цьому опускають дуже обережно.

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

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

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

При *зважуванні по методу заміщення* навішування речовини з бюксом точно тарують (точно зважують) набором гир. Потім бюкс із речовиною знімають із чашки терезів і заміняють іншим набором гир доти, поки стрілка терезів не дасть те ж відхилення, що при таруванні. Маса гир, встановлена замість речовини з бюксом, буде дорівнювати масі речовини з бюксом навіть у тому випадку, якщо терези грубо нерівноплечі. Як тарування, так і зважування гир замість речовини з бюксом проводять шляхом спостереження коливань стрілки терезів відносно нульової відмітки.

Похибка через зважування в повітрі пов'язана з тим, що кожне тіло, занурене в газ, губить у своїй масі стільки, скільки маси має витиснутий тілом газ. Отже, всі предмети в повітрі мають меншу масу, ніж у вакуумі. Звичайне

зважування в повітрі приводило б до правильного результату, якби гирі втрачали у своїй масі стільки ж, скільки втрачає зважуваний предмет. Однак гирі мають іншу густину, ніж зважуваний предмет, і витісняють іншу кількість повітря. Крім того, густина повітря змінюється з атмосферним тиском, і тому похибка від зважування в повітрі буде ще залежати і від атмосферного тиску.

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

Методика виконання роботи

Лабораторна робота починається з допуску до лабораторної роботи та проходження вступного інструктажу з техніки безпеки. Студенти мають детально ознайомитись з конструкцією різних типів терезів та вивчити принцип дії, замалювати їх загальний вигляд та будову окремих елементів (вейтографа, демпфера, коромисла, аретира). Після ознайомлення з конструкцією терезів студенти одержують контрольні зразки, масу яких вони мають точно визначити. Для одержаних величин необхідно розрахувати похибку зважування та навести пояснення причин, з яких виникла ця похибка.

Приклади завдань

Завдання 1. Ознайомитись з конструкцією аптекарських, технічних та аналітичних механічних терезів. Замалювати їх загальний вигляд та позначити основні елементи. Для аналітичних терезів замалювати будову таких вузлів як демпфер, вейтограф, аретир та описати принцип їх дії.

Завдання 2. Зважити на аналітичних терезах наважку порошкоподібної речовини (SiO_2 , ZrO_2 , Ti , NaCl) заданої маси з точністю до 0,0001 г. Масу наважки уточнити на інших терезах з точністю до 0,00005 г. Одержану наважку пересипати у підготовлену ємність та здати на перевірку.

Завдання 3. За допомогою двохпризменних одночашкових терезів (граничне навантаження 1 г) визначити масу дрібних деталей.

Питання для самоконтролю

1. Дайте визначення поняттям «вага» та «маса».
2. Опишіть основні типи пристроїв для визначення маси тіла, назвіть їх переваги та недоліки.
3. Наведіть класифікацію терезів з механічним типом створення врівноважуючої сили.
4. Опишіть конструкцію технохімічних терезів.
5. Опишіть конструкцію аналітичних терезів.
6. Поясніть правила роботи на аналітичних терезах та вимоги до місця їх встановлення.
7. Назвіть основні параметри лабораторних терезів.
8. Назвіть причини виникнення похибок зважування на терезах та способи їх усунення.
9. Опишіть методику гідростатичного зважування на аналітичних терезах.

ВИМІРЮВАННЯ В ЛАБОРАТОРНІЙ ПРАКТИЦІ

Мета роботи: набуття навичок проведення вимірювання різних величин (геометричних, електричних, теплових) в лабораторії.

Обладнання та реактиви: лід; дистильована вода; тверді речовини NH_4Cl , $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, KCl , NH_4Cl , NaCl ; чаші-кристалізатори; стакани на 250, 500 cm^3 ; скляні палички; шпателі; мірні циліндри 100, 250 cm^3 ; технічні терези та набір важків; фільтрувальний папір; молоток для подрібнення льоду; штангенциркулі ШЦ; інструментальні лінійки; термостат; контактний термометр 0...100 $^\circ\text{C}$; лабораторний термометр типу ТЛ-2 0...100 $^\circ\text{C}$; лабораторний термометр -35...+50 $^\circ\text{C}$; джерело сталого струму В-24; з'єднувальні дроти; активні резистори; цифровий мультиметр типу DT830B; амперметр типу М104; ампервольтметр типу М2038, М253, М2015.

Теоретичні відомості

Вимірюванням називається процес експериментального порівняння даної величини з іншою, прийнятою за одиницю вимірювання. Практичні засоби для відтворення одиниці вимірювання або її кратного чи часткового значення називаються *мірами*. Саме вимірювання виконується вимірювальним приладом, що видає інформацію, доступну для безпосереднього сприйняття або автоматичного запису.

Ретельне проведення серії вимірювань на самих точних приладах з дотриманням всіх передбачених правил одним спостерігачем не дасть однозначного повторюваного результату. У більшій мірі це проявляється, якщо ту саму величину вимірюють різні особи на різних вимірювальних приладах різними методами. Помилки, які при цьому виникають, називаються похибками вимірювань. Кожне вимірювання має певну вірогідність тільки за умови оцінки похибок, з якими це вимірювання було проведено. Наявність похибок визначає

точність вимірювання, оцінювану «вилкою» позитивних і негативних меж найбільших значень похибок або їх середньоквадратичним, середньоарифметичним або імовірнісним значеннями.

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

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

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

Систематичні похибки. Систематичними називаються похибки, які не змінюються при багаторазовому повторенні вимірювань і тому можуть бути враховані введенням у результат вимірювання відповідного виправлення, якщо виключити причину похибки неможливо. Як приклад систематичних похибок — неправильна установка «нуля» приладу, неточність використуваних мір вимірювань, неправильне положення вимірювального приладу та ін.

Випадкові похибки. Випадковими називаються похибки, які невизначені як по природі причин їхнього виникнення, так і за значенням. Про причини випадкових похибок практично нічого не відомо. Можна тільки затверджувати, що їх дуже багато, у тому числі це й флуктуації умов зовнішнього середовища.

Промахи. Промахами називають грубі помилки вимірювань, що істотно спотворюють попередні вимірювання. До промахів, наприклад, відноситься неправильний відлік по шкалі приладу, невірний запис відліку, несправність приладу або схеми його включення і т.п.

Вимірювання температури і її регулювання

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

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

Найбільшого поширення набули дві температурні шкали: термодинамічна шкала Кельвіна і стоградусна шкала Цельсія. За абсолютний нуль термодинамічної температури прийнятий 0 К. У температурній шкалі Цельсія температура плавлення чистого льоду прийнята рівною 0 °С, а температура кипіння чистої води при тиску в 101325 Па (1 атм, 760 мм рт. ст.) прийнята рівною 100 °С.

Розмір градуса Кельвіна і градуса Цельсія однаковий: зміна температури на 1 К еквівалентна зміні температури на 1 °С.

$$\Delta T \text{ К} = \Delta t \text{ } ^\circ\text{С},$$

однак нульові точки цих шкал відрізняються на 273,15 °С

$$t = (T - 273,15) \text{ } ^\circ\text{С}.$$

Як реперна точка термодинамічної школи температур обрана температура потрійної точка води $T_{\text{ПК}}$ (тиск 611 Па, температура 273,16 К). Температура плавлення льоду (0 °С) нижче на 0,01 °С температури потрійної точки води і дорівнює 273,15 К. Один Кельвін у термодинамічній шкалі температур

дорівнює $1/273,16$ термодинамічної температури потрібної точки особливо чистої води.

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

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

Вимірювання температур проводять за допомогою рідинних, газових і парових термометрів, термопар, термісторів, пірометрів різних типів, керамічних піроскопів і кварцових резонаторів.

Правила роботи з термометрами і їхня перевірка

Термометри — достатньо чутливий інструмент вимірювання температури. При їхньому використанні потрібна обережність і дотримання правил, зазначених у прикладених до термометрів паспортах. Так, ртутні термометри мають термічну інертність, вони не відразу сприймають температуру вимірюваного середовища. Якщо температура середовища постійна, то доводиться вичікувати якийсь час, щоб вся ртуть у резервуарі термометра встигла прийняти температуру навколишнього простору. Нижня границя області застосування ртутних термометрів визначається температурою затвердіння ртуті (мінус $38,87$ °C). а верхня – температурою кипіння ртуті при

тиску 0,1 МПа (1 атм) (плюс 356,58 °С). Проте можливе застосування ртутних термометрів і для вимірювання більш високих температур. У цьому випадку їх виготовляють із кварцового скла, а капіляри заповнюють азотом або аргоном під значним тиском.

Не можна нагрівати термометри вище максимальної температури, зазначеної на шкалі. Це може привести до руйнування капіляра або спотворення показань термометра.

Найбільш часте ушкодження – розрив ртутного стовпчика, яке може відбутися з ряду причин, але найчастіше – через різке охолодження термометра, нагрітого перед цим до високої температури. Таке ушкодження вдається виправити, якщо обережно нагріти термометр до температури, при якій стовпчики ртуті з'єднуються. Після цього термометр необхідно повільно остудити.

Значним недоліком скляних термометрів є зміна показань з часом через старіння скла, у результаті чого відбувається зміна об'єму ртутного резервуара і капіляра, що призводить до зсуву нульової відмітки. Практично незсувну нульову відмітку мають тільки термометри, виготовлені із кварцового скла. Необхідно мати на увазі, що звичайна гарантія на правильність показань скляних термометрів з виправленнями, зазначеними в паспортах, становить близько року. Після цього терміну термометри навіть при правильному поводженні з ними необхідно перевіряти по зразковому термометру і вводити до їхніх показань відповідні виправлення.

Одним з найбільш важливих виправлень, які треба вводити до показань навіть нових термометрів, є *виправлення на виступаючий стовпчик ртуті* (або іншої термометричної рідини). Температура ртуті в цьому стовпчику t_2 (рис. 3.1) завжди відрізняється від температури t_1 ртуті в резервуарі термометра (показання термометра). Виправлення, що враховує цю різницю температур, дорівнює

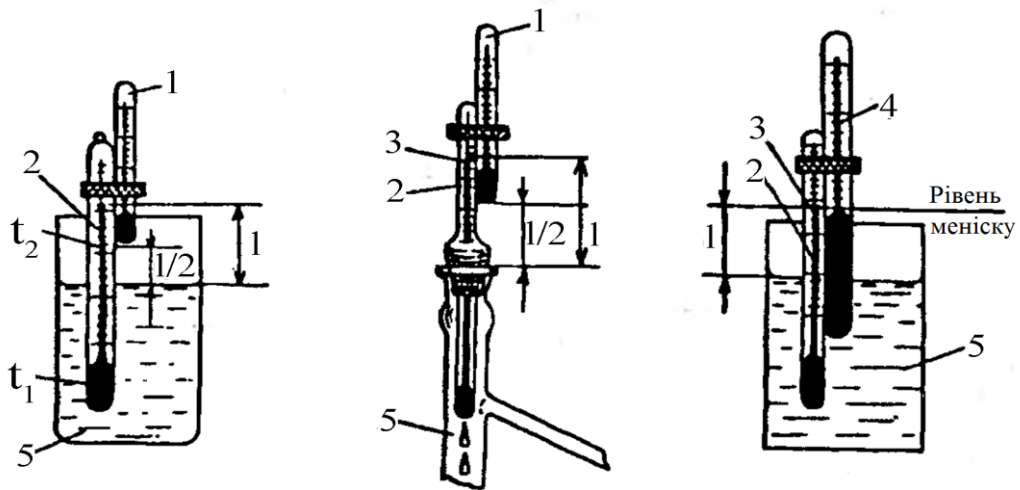


Рисунок 3.1 – Визначення виправлення на виступаючий стовпчик ртуті: 1 – термометр Аншютца; 2 – виступаючий стовпчик ртуті; 3 – меніск; 4 – термометр; 5 – вимірюване середовище; l – висота виступаючого стовпчика ртуті (в градусах).





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

де α – коефіцієнт розширення ртуті в склі, рівний для паличкових термометрів 0,000168 і для термометрів із вставною пластинкою 0,000158; l – довжина виступаючого стовпчика ртуті в градусах даного термометра.

Значення t_2 визначають, приклавши кінець термометра Аншютца (звичайний ртутний укорочений термометр, розрахований на певний вузький інтервал температур, наприклад 100...110, 260...270 °С) до середини виступаючого стовпчика ртуті. Більш точно виправлення одержують, застосовуючи допоміжний термометр із подовженим ртутним резервуаром (5...20 см). Верхній кінець резервуара повинен перебувати на рівні меніска термометра, який перевіряють, а нижній кінець – у вимірюваному середовищі. Тільки при зануренні термометра у вимірюване середовище вище рівня ртуті в капілярі показання його будуть точними і виправлення на виступаючий стовпчик ртуті вводити не знадобиться.

Методика виконання роботи

Вимірювання лінійних розмірів

Для виконання завдання студенти одержують різноманітні складнопрофільні деталі, креслення яких вони мають зробити, та вимірювальний інструмент – інструментальні лінійки та штангенциркулі. Креслення деталі необхідно виконувати згідно усіх вимог ЄСКД (зразок – див. рис. 3.2). Дозволяється виконувати креслення на звичайному папері в тексті протоколу. Деталь необхідно замальовувати таким чином, щоб основна вісь симетрії була розташована горизонтально. За необхідності необхідно наводити два загальних види або надавати місцеві види чи розрізи. Заштриховування деталі має відповідати матеріалу, з якого виконано деталь: метал – , неметалеві матеріали – , кераміка – , скло та світлопрозорі матеріали – . Лінії штриховки мають бути проведені під кутом 45° до осі деталі. Різьбу на деталі позначають наступним чином: зовнішню – суцільними основними лініями по зовнішньому діаметру різьби та суцільними тонкими лініями по внутрішньому діаметра; внутрішню – суцільними основними лініями по внутрішньому діаметру різьби та суцільними тонкими лініями по внутрішньому

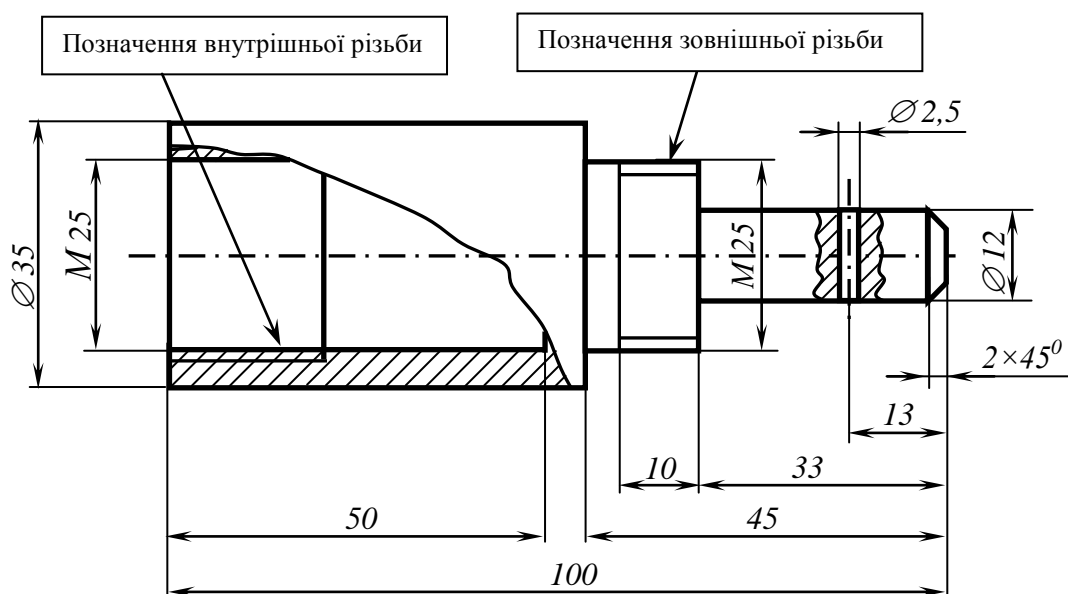


Рисунок 3.2 – Креслення деталі (зразок). Масштаб 1:1.

діаметру. На креслення має бути нанесена мінімальна кількість розмірів, але достатня для виготовлення та контролю деталі.

Вимірювання температури

Студенти повинні ознайомитись з типами термометрів для вимірювання температури в лабораторії, з методикою вимірювання температури за допомогою найбільш поширеного типу термометрів – рідинних термометрів розширення, вивчити роботу контактного термометра як складової термостата та навчитись визначати похибку термометра в залежності від різних факторів.

Робота виконується з використанням або термостата, або охолоджуючої бані, заповненої спеціальною сумішшю. При вимірюванні підвищених температур студенти повинні взяти термостат та набір термометрів для роботи з ним. Ємність термостата заповнюється дистильованою водою, у відповідні тримачі встановлюються лабораторний термометр та контактний термометр, останній приєднується до термостата. За допомогою контактного термометра встановлюється задана викладачем температура, термостат вмикають та очікують досягнення необхідної температури, після чого перевіряють точність встановлення температури в різних точках термостата, використовуючи зразковий термометр. Для кожного з використовуваних термометрів визначається поправка на виступаючий стовпчик рідини.

Вимірювання температур нижче 0 °С проводять у охолоджуючих банях, які являють собою великі скляні чаші (кристалізатори), обгорнуті теплоізолюючим матеріалом, і заповнені будь-якою охолоджуючою сумішшю на зразок наведених в таблиці 3.1 [6].

Суміш одержують, подрібнюючи лід на шматки розміром не більше 1..2 см, вміщують його у чашу та додають необхідну кількість солі при ретельному перемішуванні. Після цього проводять вимірювання температури за допомогою обраного термометра, для якого також визначають поправку на виступаючий стовпчик рідини.

Таблиця 3.1 – Охолоджуючі суміші з солі та льоду

Речовина	Початкова температура води або льоду, °C	Маса речовини, г/100 г H ₂ O	Температура охолоджуючої суміші, °C
Na ₂ CO ₃	-1 (лід)	20	-2,0
NH ₄ Cl	13,3	30	-5,1
CaCl ₂ ·6H ₂ O	-1 (лід)	41	-9,0
KCl	0 (лід)	30	-10,9
NH ₄ Cl	-1 (лід)	25	-15,4
NaCl	-1 (лід)	33	-21,3
CaCl ₂ ·6H ₂ O	0 (лід)	81	-21,5
H ₂ SO ₄ (66,2 %)	0 (лід)	23	-25
H ₂ SO ₄ (66,2 %)	0 (лід)	40	-30
H ₂ SO ₄ (66,2 %)	0 (лід)	91	-37
CaCl ₂ ·6H ₂ O	0 (лід)	123	-40,3
CaCl ₂ ·6H ₂ O	0 (лід)	143	-55

Одержані результати подають у вигляді таблиці (табл. 3.2), куди обов'язково вносять точні відомості про використаний термометр.

Таблиця 3.2 – Результати вимірювання температури (приклад)

Об'єкт вимірювання температури	Тип використаного термометру	Очікувана температура, °C	Дійсне значення температури, °C	Виправлення, °C
Суміш 100 г льоду та 33 г NaCl	Термометр трубчастий ТЛ-2, вик. 2, ГОСТ 19875-78	-21,3	-19,6	-0,061*

$$* \Delta t = \alpha \cdot l \cdot (t_1 - t_2) = 0,000158 \cdot 10,2 \cdot (-19,6 - 18) = -0,061 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Робота з електровимірювальними приладами

Виконання роботи починається із збирання електричного кола, яке складається з джерела струму, амперметрів, вольтметрів і послідовно, паралельно або послідовно-паралельно з'єднаних між собою опорів (рис. 3.3).

При складанні схеми необхідно пам'ятати, що амперметр включається в схему лише послідовно, а вольтметр – паралельно до ділянки, на якій проводять вимірювання. Після перевірки викладачем правильності складання схеми вмикають джерело струму, встановлюють на ньому силу струму не вище 1 А і проводять вимірювання сили струму та падіння напруги на всіх ділянках а–f (а–g), а–b, b–c, c–d, d–e (b–e, b–d, b–c), e–f, f–g, а також розраховують за законом Ома опір кожної ділянки. **УСІ РОЗРАХУНКИ НАВОДЯТЬ В ПРОТОКОЛІ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ!** Для паралельно з'єднаних резисторів порівнюють практично визначені та теоретично розраховані величини опору. Необхідно пам'ятати, що при послідовному з'єднуванні кількох опорів сила струму на будь-якій ділянці кола є сталою ($I_{\Sigma} = I_i$), напруга на колі є сумою падінь напруги на усіх ділянках кола ($U_{\Sigma} = \Sigma U_i$), а загальний опір кола дорівнює сумі опорів окремих ділянок ($R_{\Sigma} = \Sigma R_i$). При паралельному з'єднанні провідників сила струму у колі є сумою сил струмів, які проходять через окремі провідники ($I_{\Sigma} = \Sigma I_i$), напруга на паралельно з'єднаних провідниках дорівнює напрузі на окремому провіднику ($U_{\Sigma} = U_i$), а сумарний опір паралельно з'єднаних провідників може бути розрахований за формулою

$$\frac{1}{R_{\Sigma}} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} + \frac{1}{R_3} + \dots$$

В протокол окрім схеми електричного кола та одержаних результатів, що подають у вигляді таблиці (табл. 3.3), заносять також детальний опис усіх електровимірювальних приладів, які були використані в роботі (тип приладу, його позначення, клас точності, особливості роботи з ним відповідно до позначок на шкалі). Для виміряних величин розраховують похибку

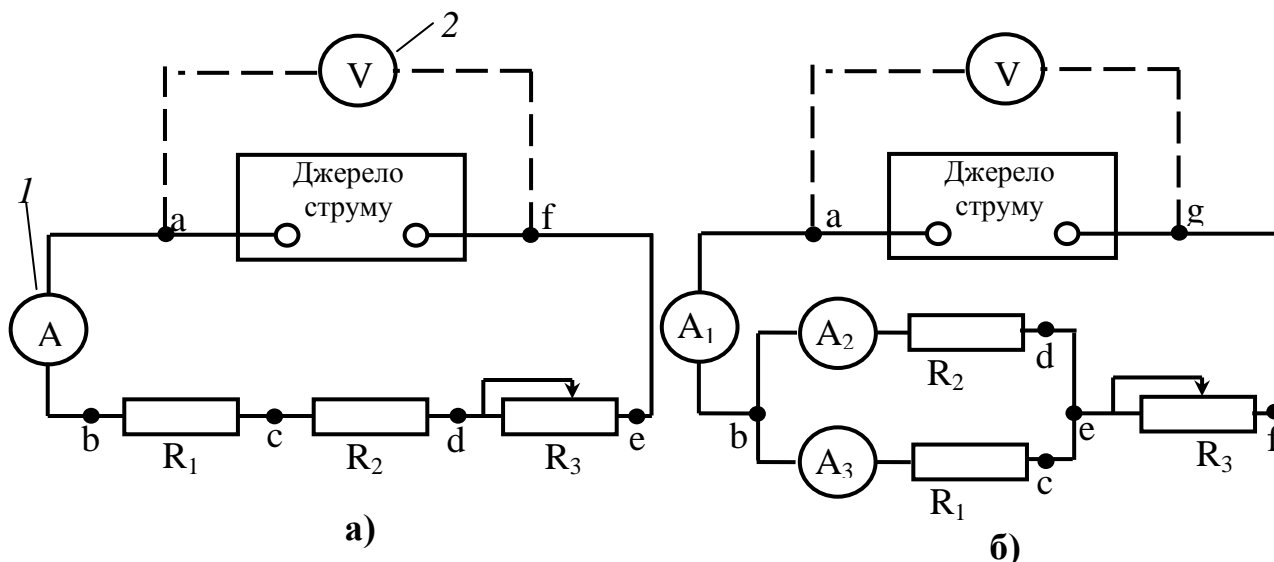


Рисунок 3.3 – Схема електричного кола із послідовним (а) або послідовно-паралельним (б) з'єднанням опорів: I – амперметр; 2 – вольтметр; R_1, R_2 – активні опори (резистори); R_3 – реостат; а...g – вузли.

Таблиця 3.3 – Результати вимірювання електричних величин

Ділянка	Сила струму, А	Похибка вимірювання, А	Падіння напруги, В	Похибка вимірювання, В	Опір ділянки, Ом
а–f					
а–b					
...					

Примітка: в роботі використані

- Амперметр типу ... ГОСТ ..., магнітоелектричний, діапазон вимірювання 0...150 мА, клас точності 0,2, міцність ізоляції між корпусом та вимірювальною системою 2 кВ, горизонтального розташування.
- Вольтметр типу ... ГОСТ ..., магнітоелектричний, діапазон вимірювання 0...2,5 В, клас точності 0,2, міцність ізоляції між корпусом та вимірювальною системою 2 кВ, горизонтального розташування.

вимірювання. Похибку вимірювання в будь-якому місці шкали електровимірювального приладу можна визначити за формулою

$$\Delta B = k \frac{N_{изм}}{N_{иск}}$$

де ΔB — шукана похибка, %; k — клас точності приладу; $N_{иск}$ — максимальне значення шкали приладу; $N_{зм}$ — значення вимірюваної величини по шкалі приладу.

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

Користуючись наведеною формулою, одержимо

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

Приклад розрахунку опору в колі з послідовно-паралельним з'єднанням. Силу струму вимірювали за допомогою амперметра класу точності 0,2 з границею вимірювання до 150 мА, а напругу – за допомогою вольтметра класу точності 0,5 з границями вимірювання 1,5 В (U_{e-f}), 4,5 В (U_{b-d} , U_{b-e}) і 15 В (U_{b-c} , U_{a-g}). Згідно із результатами вимірювань в колі відповідно до рис. 3.3б проводимо розрахунки та заповнюємо таблицю:

Ділянка	Сила струму, А	Похибка вимірювання, А	Падіння напруги, В	Похибка вимірювання, В	Опір ділянки, Ом
a-g (b-f)	0,1 (I_1)	0,00013	5,5	0,01	55,0
b-d	0,07 (I_2)	0,00006	3,2	0,01	45,7
b-c	0,03 (I_3)	0,00001	12,7	0,05	423,3
b-e	0,1 (I_1)	0,00013	4,2	0,02	42,0
e-f	0,1 (I_1)	0,00013	1,2	0,005	12,0

$$\Delta I_{a-g} = 0,2 \frac{0,1}{0,15} = 0,13 \%, \quad \Delta I_{a-g} = 0,13 \frac{0,1}{100} = 0,00013 \text{ А.}$$

$$\Delta I_{b-d} = 0,2 \frac{0,07}{0,15} = 0,09 \%, \quad \Delta I_{b-d} = 0,09 \frac{0,07}{100} = 0,00006 \text{ А.}$$

$$\Delta I_{b-c} = 0,2 \frac{0,03}{0,15} = 0,04 \%, \quad \Delta I_{b-c} = 0,04 \frac{0,03}{100} = 0,00001 \text{ А.}$$

$$\Delta U_{a-g} = 0,5 \frac{5,5}{15} = 0,18 \%, \quad \Delta U_{a-g} = 0,18 \frac{5,5}{100} = 0,01 \text{ В.}$$

$$\Delta U_{b-d} = 0,5 \frac{3,2}{4,5} = 0,36 \%, \quad \Delta U_{b-d} = 0,36 \frac{3,2}{100} = 0,01 \text{ В.}$$

$$\Delta U_{b-c} = 0,5 \frac{12,7}{15} = 0,42 \%, \quad \Delta U_{b-c} = 0,42 \frac{12,7}{100} = 0,05 \text{ В.}$$

$$\Delta U_{b-e} = 0,5 \frac{4,2}{4,5} = 0,47 \%, \quad \Delta U_{b-e} = 0,47 \frac{4,2}{100} = 0,02 \text{ В.}$$

$$\Delta U_{e-f} = 0,5 \frac{1,2}{1,5} = 0,4 \%, \quad \Delta U_{e-f} = 0,4 \frac{1,2}{100} = 0,005 \text{ В.}$$

Порівнюємо практично одержане значення опору $R_{b-e} = 42 \text{ Ом}$ з теоретично розрахованим

$$R_{b-e}^T = \frac{R_{b-d} \cdot R_{b-c}}{R_{b-d} + R_{b-c}} = \frac{45,7 \cdot 423,3}{45,7 + 423,3} = 41,2 \text{ Ом.}$$

Приклади завдань

Завдання 1. Вимірювання лінійних розмірів. Використовуючи лінійку, штангенциркуль та транспортир визначити розміри та виконати креслення деталі.

Завдання 2. Вимірювання температури. Використовуючи певну кількість льоду, приготувати охолоджуючу суміш із заданою температурою. Визначити температуру одержаної суміші та виправлення на покази термометра.

Завдання 3. Вимірювання температури. Встановити на контактному термометрі термостату задану температуру і після її досягнення визначити температуру в різних частинах термостатованої ємності. Визначити температурне виправлення для контактних та звичайних термометрів.

Завдання 4. Робота з електровимірювальними приладами. Визначити опір кількох резисторів при їх паралельному та послідовному з'єднанні шляхом вимірювання падіння напруги на окремих ділянках при пропусканні через все коло струму силою 100 мА. Для паралельного з'єднання порівняти вимірні величини з розрахунковими.

Питання для самоконтролю

1. Наведіть загальну класифікацію методів вимірювання.
2. Наведіть класифікацію похибок вимірювання.
3. Поясніть класифікацію методів вимірювання по принципу реалізації вимірювань.
4. Опишіть основні позначки на шкалі електровимірювальних приладів.
5. Опишіть основні позначки на корпусі електровимірювальних приладів.
6. Поясніть, що таке клас точності та як розраховуються похибка вимірювання електровимірювальним приладом.
7. Опишіть порядок роботи з амперметром та вольтметром.
8. Опишіть порядок дій при визначенні опору ділянки електричного кола при послідовному та паралельному з'єднанні.

9. Дайте визначення поняттям «температура» та «градус».
10. Обґрунтуйте наявність верхньої та нижньої меж температури.
11. Назвіть основні температурні шкали та їх взаємний зв'язок.
12. Опишіть основні способи вимірювання температури.
13. Опишіть групи пристосувань для визначення температури.
14. Опишіть принцип дії і конструкцію рідинного термометра розширення та правила роботи з ним.
15. Опишіть порядок визначення поправок на покази рідинного термометра.

РОБОТА З МІРНИМ ПОСУДОМ

Мета роботи: ознайомлення з різними видами мірного посуду; набуття навичок перевірки мірного посуду.

Обладнання та реактиви: дистильована вода; бюкси скляні; терези аналітичні ВЛА-200г-М, АДВ-200 М, ВСП-200-10g, ВЛР-200г та набір різноваг; стакани на 250, 500 см³; мірні циліндри; піпетки Мора та градуйовані; мензурки; бюретки; мікробюретки; пікнометри.

Теоретичні відомості

Одиниця вимірювання об'єму речовини – кубічний метр (1 м³). Літр – спеціальна назва кубічного дециметра (1 л = 1 дм³ = 10⁻³ м³). При точних вимірюваннях застосовують співвідношення 1 л = 1,000028 дм³.

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

На кожній посудині повинні бути такі написи:

- а) число, яке вказує номінальну ємність (за винятком виробів з лініями градування, де вказана ємність);
- б) символ «см³» або символ «мл», що показує одиницю об'єму, в яких градуйована посудина;
- в) напис «20 °С», що показує температуру, при якій посудина відкалібрована;
- г) літери «In» або Н, що показують, що посудина калібрована на наливання, або літери «Ex» або О, що показують, що посудина калібрована на відливання;
- д) цифра, що показує клас точності посудини;
- е) ім'я або знак виробника та / або продавця.

Бюретки, колби і піпетки, які використовуються для точних вимірювань, калібрують по зразковим мірам місткості 1 або 2 розряду зазвичай при

температурі 20 °С. У відповідності із цим бюретки, мірні колби і піпетки виготовляють 1 та 2 класів точності. Припустимо відхилення для бюретонок і градуйованих піпеток 1 класу точності дорівнює половині ціни найменшої поділки шкали, а 2-го класу – ціни найменшої поділки шкали.

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

Види мірного посуду

Мірні циліндри – циліндричні посудини різної місткості з нанесеними на зовнішній стінці поділками, що вказують об'єм у мілілітрах (рис. 4.1, а). Щоб відміряти необхідний об'єм рідини, її наливають у мірний циліндр доти, поки нижній меніск не досягне рівня потрібної поділки. Мірні циліндри калібрують зазвичай на наливання. Циліндри виготовляють зі скла і прозорих поліетилену або поліпропілену. Скляні циліндри можуть мати пластмасову підставку.

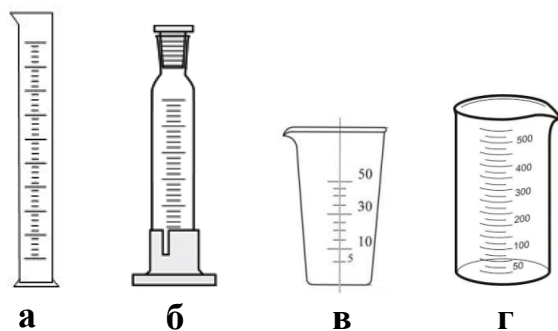


Рисунок 4.1 – Звичайний мірний циліндр (а) та з прищліфованою пробкою (б), мензурка (в) та мірний стакан (г).

Об'єми летких кислот, органічних розчинників або рідких розчинів газів звичайно вимірюють за допомогою мірних циліндрів із притертою скляною пробкою, пробкою із фторопласту або поліетилену (рис. 4.1, б). Такі циліндри зручні і для оцінки об'єму рідких гетерофазних систем.

Похибка при визначенні об'єму рідин за допомогою мірних циліндрів знаходиться у межах 0,1...1 %.

Мензурки (від лат. *mensura* – міра) – посудини конічної форми, у яких, як і у мірних циліндрів, на зовнішній поверхні нанесені поділки для вимірювання об'єму рідини в мілілітрах (рис. 4.1, в). Мензурки застосовують для вимірювання об'єму осадів, що утворюються при відстоюванні суспензій. Осад

збирається в нижній частині мензурки. Їх використовують також для визначення об'ємів двох рідких фаз, що не змішуються, одна з яких, більшої густини, присутня у меншій кількості. Мензурки калібрують на відливання.

У технологічній практиці при дозуванні малолетких рідин застосовують *скляні мірні кружки* (рис. 4.1, г).

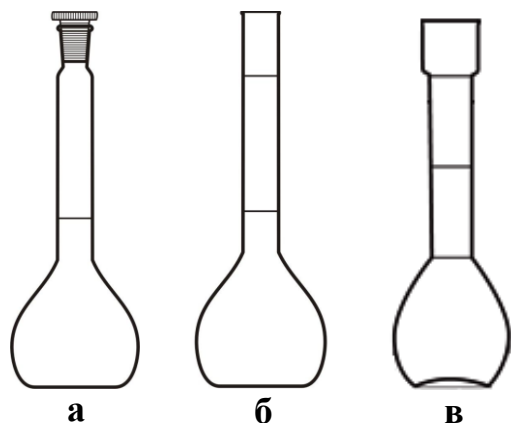


Рисунок 4.2 – Мірні колби: з пробкою (а), Штоманна (б), Кольрауша (в).

Мірні колби (рис. 4.2)

використовують для приготування розчинів певної концентрації. Вони мають вузьке горло з однієї або декількома мітками, що означають границю відмірюваного об'єму. Місткість мірних колб коливається від 5 мл до 2 л. На кожній колбі зазначена місткість (у мілілітрах) і температура,

при якій проводилося її калібрування, звичайно це 20 °С.

Мірні колби є вимірювальними посудинами, розрахованими на вливання, тобто об'єм рідини до мітки відповідає місткості колби. Змочування стінок і розтікання рідини по внутрішній поверхні колби не грають ніякої ролі. Мірні колби можуть мати пришліфовані скляні пробки, а також гумові, фторопластові або поліетиленові пробки.

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

Пікнометри (від грець. *ρυκνος* – густий) – посудини невеликого об'єму, застосовувані для визначення густини рідин і твердих речовин (рис. 4.3). Існує багато різновидів пікнометрів. Їхня форма визначається природою досліджуваної речовини, зручністю і відтворюваністю заповнення і зважування, необхідною точністю вимірювання. Але навіть при найбільш точній роботі

($\pm 5 \cdot 10^{-6}$ г/см³) не слід збільшувати об'єм кожного з пікнометрів понад 30 мл, якщо вважати похибку зважування 0,1 мг. Кращі за якістю пікнометри виготовлені зі скла марки "пірекс" або із кварцового скла, яке має низький коефіцієнт термічного розширення.

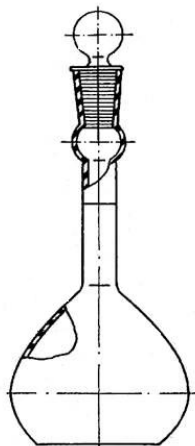


Рисунок 4.3 – Пікнометр.

Звичайний *пикнометр* – це невелика мірна колба із протравленою навколо горла міткою, що визначає його місткість. Простір, розташований над міткою, може заповнювати рідина у випадку її розширення при зважуванні. Такі пікнометри рекомендуються для вимірювання густини чистих однокомпонентних рідин. Нанесення по всій висоті горла міток, розташованих на рівних відстанях одна від одної, роблять пікнометр більш зручним для роботи.

Піпетки служать для вимірювання об'єму рідини у вигляді цілої порції (об'єм піпетки від 0,1 до 200 мл) або її частини (рис. 4.4). Піпетку заповнюють за допомогою гумової груші, приєднавши її до верхнього кінця піпетки.

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

Піпетки завжди відкалібровані на витікання, тобто зазначений на піпетці об'єм відповідає об'єму рідини, що витікає, коли піпетку наповнюють до відмітки на верхній трубці, а потім дають рідині самостійно витекти. В об'єм витікаючої рідини не входить рідина, яка залишається в носіку нижньої трубки, і рідина, яка змочує стінки піпетки. Нижній отвір піпетки не повинен бути широким, щоб швидкість витікання рідини не була великою, але і не занадто вузьким, щоб наприкінці витікання рідини в місці з'єднання нижньої трубки з балоном піпетки не утворилася крапля.

Вважають, що тривалість вільного витікання води з піпеток місткістю 5, 10, 25, 50 і 100 мл повинна бути рівною відповідно 15, 20, 25, 30 та 40 с.

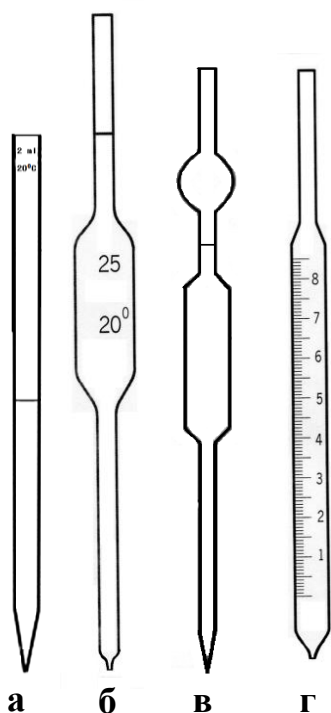


Рисунок 4.4 – Піпетки Мора (а, б), для дозування небезпечних рідин (в) та градуйовані (г).

не буде відповідати зазначеному на піпетці, тому для в'язких рідин піпетку треба перекалібрувати.

Якщо деякі розчини залишають на стінках піпетки прилиплі краплі навіть при ретельному знежиренні скла, то рекомендують піпетки піддавати силіконуванню – покриттю внутрішніх стінок найтоншою силіконовою плівкою, що не змочується водою. Силіконовану піпетку калібрують по чистій воді при температурі 20 °С. У силіконованих піпеток меніск рідини опуклий. Утворена при силіконуванні гідрофобна плівка не змивається водою і не руйнується кислотами, її можна видалити лише при кип'ятінні піпетки в 10 %-вому водному розчині КОН або NaOH.

Бюретка – циліндрична скляна трубка з поділками, краном або затиском, проградуйована в мілілітрах (рис. 4.5). Бюретки застосовують для точного вимірювання невеликого об'єму і при титруванні.

Піпетки поділяються на такі, що призначені на виливання всього об'єму рідини (піпетки Мора) (рис. 4.4, а, б), та для часткового зливу необхідного об'єму рідини відповідно до градуювання (рис. 4.4, г). Об'єм отруйних рідин, кислот і сильних основ відмірюють піпетками із запобіжним розширенням у верхній трубці піпетки (рис. 4.4, в).

Піпетки звичайно калібрують по чистій воді, тому ними не можна відмірювати рідини, в'язкість яких помітно відрізняється від в'язкості воли. Об'єм відібраної рідини в цьому випадку

Об'ємні бюретки із ціною поділки в 0,1 мл дозволяють вести відлік з точністю до 0,02 мл. Безкранові бюретки Мора мають у нижній частині гумову трубку з капіляром. Гумова трубка пережимається або затиском Мора, або усередину її закладають скляну кульку чи паличку з кулястим потовщенням (рис. 4.5, а). Рідина з такої бюретки витікає при натисканні пальцями на верхню частину кульки. Бюретки з гумовою трубкою застосовують для слабо лужних розчинів, що зазвичай заїдають притерті скляні крани. Недолік таких бюреток у тому, що гумова трубка на початку і наприкінці виливання розчину

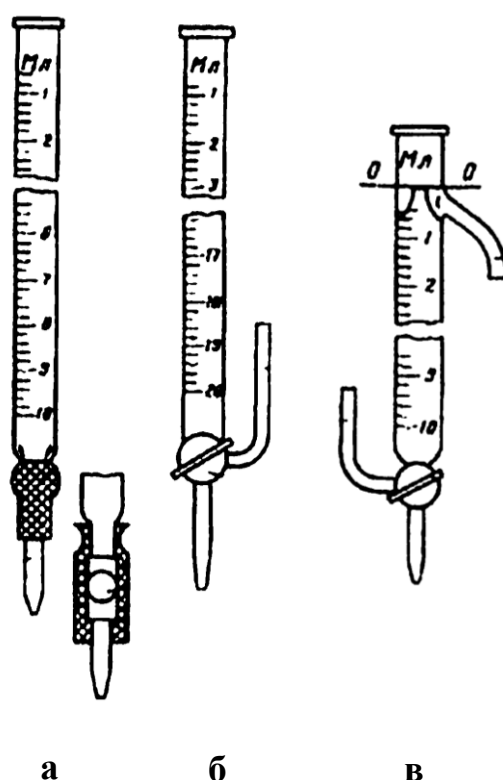


Рисунок 4.5 – Бюретки: безкранова бюретка з гумовою трубкою (а), з триходовим краном (б), з автоматичним нулем (в).

розтягується в різному ступені внаслідок різниці гідростатичних тисків і різного ступеня обтиснення кульки пальцями. Похибка буде менше, якщо використовувати порівняно товстостінний і короткий еластичний шматок гумової трубки, а затиск надягати на неї завжди на тому самому місці. При цьому необхідно також уникати розчинів, що окиснюють каучук, зокрема, розчинів йоду у водному розчині KI.

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

Якщо бюретка має двоходовий кран (рис. 4.5, б), то її заповнюють знизу, для чого до вигнутої трубки приєднують гумовий шланг від бутля з розчином.

В бюретці з автоматичним нулем нульової позначкою є верхній зріз відростку 0–0 (рис. 4.5, в). При подачі розчину через нижню бічну трубку він піднімається до позначки 0–0, а надлишок стікає через верхню бічну трубку. Після припинення подачі розчину його рівень автоматично встановлюється на верхньому зрізі відростку 0–0.

Місцем відліку рівня розчину в бюретці завжди вибирають нижній край меніска. По цьому краю і калібрують бюретку. Тільки у випадку непрозорих розчинів (водний розчин KMnO_4 , розчин I_2 у водному розчині KI та ін.) необхідно робити відлік по верхньому краю меніска.

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

Перевірка мірного посуду

Мірні колби, пікнометри, піпетки і бюретки перед роботою необхідно перевіряти. Масове виробництво мірного посуду без паспортизації кожної її одиниці призводить до того, що зазначена на мірному посуді місткість часто не відповідає дійсній.

Перед перевіркою мірний посуд ретельно миють і висушують. Висушений мірний посуд, використовуваний на "виливання" (піпетки і бюретки), перед перевіркою змочують чистою водою: наливають її в посуд, який перевіряють, і дають постояти 1-2 хв., після чого виливають, як і при звичайному використанні.

Перевірка мірного посуду полягає у визначенні маси чистої води, що не містить домішок і розчиненого повітря, наливої в посуд до мітки (мірні колби і пікнометри) або вилитої з неї (піпетки і бюретки) при даній температурі і атмосферному тиску. Для перевірки мікропіпеток і мікробюреток замість води застосовують ртуть. По знайденій масі води або ртуті визначають дійсну

місткість мірного посуду, використовуючи таблиці густини води або ртуті для визначених температури та тиску. Якщо тиск в лабораторії нижчий за нормальний, то на кожний міліметр різниці додають виправлення, вказане в таблиці 4.1. Якщо тиск вищий за нормальний, виправлення відповідно віднімають. Різниця між табличною та фактичною масою води відповідає поправці на об'єм для вимірюваного посуду. Перед перевіркою мірний посуд ретельно очищують та висушують, а міри, що калібровані на відливання, безпосередньо перед перевіркою змочують дистильованою водою.

При перевірці піпеток з однією міткою воду з них спускають у бюкс із кришкою і зважують. Не виливаючи воду з бюкса, спускають у нього знову повну піпетку і зважують. Так роблять і втретє. Із трьох значень маси води беруть середнє. Користуючись даними табл. 4.1, вносять виправлення на барометричний тиск та розраховують дійсну місткість перевірюваної піпетки.

Перевірку градуйованих піпеток проводять так само, як і бюреток, для чого на нижній кінець піпетки надягають гумову трубку зі скляним наконечником і затиском. При перевірці бюреток вимірюють масу всього її об'єму, а потім – масу води через кожні 10 мл. Для точного калібрування перевіряють масу кожного мілілітра.

Таблиця 4.1 – Маса 1 л води при різних температурах

Температура води і повітря, °С	Маса 1 л води, г	Виправлення на атмосферний тиск
15	997,925	0,00142
16	997,798	0,00141
17	997,659	0,00141
18	997,510	0,00140
19	997,349	0,00140
20	997,177	0,00139
21	996,995	0,00139
22	996,802	0,00138

Мірні колби, калібровані на відливання, встановлюють на рівну горизонтальну поверхню та наповнюють водою точно до мітки. Потім з колби виливають воду в завчасно зважений стакан чи конічну колбу. Дають стекти краплям води протягом 10–20 с та зважують посудину з водою. Після віднімання маси тари одержують значення маси води, вилитої з колби. Це визначення повторюють три рази та розраховують середню масу вилитої води. Для перевірки мірних колб на наливання їх ретельно очищують, висушують та зважують. Потім колбу наповнюють дистильованою водою до мітки та зважують знову. Користуючись даними табл. 4.1, по масі води знаходять місткість перевірюваної колби.

ГОСТ 1770–74 встановлює границі припустимої похибки ΔV перевірюваних мірних посудин в залежності від їх класу точності і місткості.

Таблиця 4.2 – Границі припустимої похибки ΔV для мірного посуду 2 класу

Місткість V , мл	ΔV , мл, піпеток		ΔV , мл, бюреток	ΔV , мл, мірних колб
	з однією міткою	градуйованих		
1	2	3	4	5
2000	–	–	–	1,00
1000	–	–	–	0,60
500	–	–	–	0,30
250	–	–	–	0,20
200	0,20	–	0,50	0,20
100	0,16	0,2	0,20	0,20
50	0,10	0,16	0,10	0,10
25	0,08	0,10	0,10	0,06
20	0,06	0,10	–	–
15	0,04	0,10	–	–
10	0,04	0,10	0,05	0,04
5	0,02	0,05	0,02	0,02
2	0,01	0,01	0,01	–
1	0,01	0,01	0,01	–

Перевірений мірний посуд краще використовувати тільки тому експериментатору або аналітику, який перевіряв його.

Методика виконання роботи

Студенти мають ознайомитись із запропонованими зразками мірного посуду, ретельно вимити його і висушити, після чого повинні провести перевірку мірного посуду та розрахувати поправку на об'єм для мірного посуду. В протокол вносяться зображення мірного посуду, його характеристики (об'єм, тип виконання), призначення та усі розрахунки.

Приклад розрахунку: Середнє значення маси води в об'ємі перевірюваного мірного посуду з позначеною місткістю $V_{ном} = 25$ мл при температурі $19\text{ }^{\circ}\text{C}$ і тиску 750 мм рт. ст. відповідає $24,980$ г. З таблиці 4.1 знаходимо, що при $19\text{ }^{\circ}\text{C}$ маса 1 л води дорівнює $997,349$ г, тобто маса 1 мл води дорівнює $0,997349$ г. Поділивши $24,98$ на $0,997349$, знаходимо, що місткість мірного посуду дорівнює $25,046$ мл. Поправка на тиск складає $0,0014 \cdot (760 - 750) = 0,014$ мл. Додаючи її до обрахованого об'єму, отримуємо $V_{дійсн} = 25,06$ мл. Звідси величина поправки на об'єм $\Delta V = V_{дійсн} - V_{ном} = 25,06 - 25,00 = +0,06$ мл.

Приклади завдань

Завдання 1. Ознайомитись з видами мірного посуду, замалювати його та надати опис.

Завдання 2. Визначити поправку на об'єм мірного циліндра (мензурки), піпетки Мора, бюретки (мікробюретки, пікнометра) та градуйованої піпетки.

Питання для самоконтролю

1. Назвіть одиниці вимірювання об'єму та їх взаємний перерахунок.
2. Опишіть типи посуду для визначення об'єму рідини.
3. Наведіть методику перевірки об'єму мірного посуду.
4. Які існують класи точності мірного посуду і що вони показують?

5. Опишіть методику відбору проб та визначення об'єму за допомогою різних видів мірного посуду.
6. Наведіть методику перевірки об'ємі мікропіпеток та мікробюреток.

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ РІЗНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ

Мета роботи: оволодіти навичками приготування розчинів різної концентрації; навчитися перераховувати різні способи вираження концентрації один в інший.

Обладнання та реактиви: дистильована вода; бюкси скляні; терези аналітичні ВЛА-200г-М, АДВ-200 М, ВСП-200-10g, ВЛР-200г та набір різноваг; стакани на 250, 500 см³; мірні циліндри 50, 100, 250 см³; піпетки Мора та градуйовані; мірні колби 100, 200, 250, 500 см³; тверді речовини NH₄Cl, CaCl₂·6H₂O, KCl, NH₄Cl, NaCl, Na₂SO₄, Na₂SO₄·10H₂O, CuSO₄, NaHCO₃, Na₃PO₄; стакани на 250, 500 см³; скляні палички; шпателі; розчини 8М H₂SO₄, 6 М HCl, 10 % NaOH, 6 н H₂SO₄.

Теоретичні відомості

Розчином називають термодиманічно стійку однофазну гомогенну систему, що містить два або більше компонентів, що зберігає свої фізичні та хімічні властивості незалежно від кількості розчину. Речовину, яка присутня у розчині в більшій кількості, звичайно називають *розчинником*, а інші речовини – *розчиненими речовинами*. Якщо одна з речовин розчину є рідиною, а інші – твердими або газоподібними, то розчинником прийнято називати рідку фазу навіть тоді, коли інші речовини присутні в розчині в більшій кількості. Розчинником також вважають ту речовину, агрегатний стан якої не змінюється при утворенні розчину.

Стан розчину визначається трьома основними параметрами: температурою, тиском і концентрацією розчинених речовин, які, в свою чергу, визначають густину розчину.

При розчиненні твердої, рідкої або газоподібної речовини в обраному розчиннику при $(p, T) = \text{const}$ концентрація розчину збільшується не безмежно.

Рано або пізно речовина, якщо вона не має необмеженої розчинності, перестає розчинятися, і досягається певна її концентрація, яка навіть при самому тривалому контакті речовини, що розчиняється, і розчинника в умовах інтенсивного перемішування більше не змінюється, залишаючись постійною. Це є ознакою настання фазової рівноваги між речовиною, яка розчиняється, в твердому стані та в розчиненому стані.

Гранично можлива концентрація розчиненої речовини, що відповідає фазовій рівновазі, називається *розчинністю* цієї речовини в даному розчиннику при даних температурі й тиску. Розчин, що перебуває у фазовій рівновазі з розчиненою речовиною, називають *насиченим*. Насичений розчин може існувати тільки в контакті (через поверхню поділу фаз) з розчиненою речовиною. Насичені розчини можуть бути як концентрованими, так і розведеними залежно від значення розчинності речовин. Наприклад, насичений розчин AgNO_3 містить при $20\text{ }^\circ\text{C}$ 216 г солі в 100 г води, а насичений розчин AgBr при тій же температурі всього $1,2 \cdot 10^{-5}$ г у тій же кількості води.

Речовини будь-якого агрегатного стану можуть утворювати в певних умовах *пересичені* розчини, тобто такі, у яких вміст розчиненої речовини більше, ніж у насичених розчинах тих же речовин при однакових температурі й тиску. Такі розчини вкрай нестійкі й при контакті з розчиненою речовиною переходять у насичені, виділяючи надлишок розчиненої речовини. Існують *ненасичені* розчини – розчини, у яких при даних температурі й тиску можливо подальше розчинення речовини. Такі розчини завжди являють собою однофазну систему.

Способи вираження концентрації розчинів

Кількісний вміст компонента розчину, віднесений до певної маси або до певного об'єму розчину або розчинника, називається концентрацією цього компонента. При цьому вміст розчиненої речовини звичайно виражають в одиницях маси, у моль або в грам-еквівалентах.

Моль – одиниця кількості речовини. Моль — це кількість речовини системи, що містить стільки молекул, атомів, іонів, електронів або інших структурних одиниць, скільки міститься атомів в 0,012 кг ізотопу вуглецю ^{12}C ($6,022 \cdot 10^{23}$ моль $^{-1}$). Маса речовини, яка міститься в 1 моль даної простої або складної речовини, називається молярною масою. Молярна маса речовини, виражена в грамах на моль, має те ж чисельне значення, що і його відносна молекулярна маса.

Еквівалентом речовини називається така його кількість, яка у даній реакції рівноцінна (еквівалентна) 1 моль атомів водню (1,0079 г). Маса 1 еквівалента називається еквівалентною масою.

Ваговий відсоток P , % – це число одиниць маси розчиненої речовини, що міститься в 100 одиницях маси розчину і виражене у відсотках.

Молярна концентрація (молярність) C_M , моль/л (моль/дм 3 , M), виражається числом моль розчиненої речовини в 1 л (1 дм 3) розчину.

Еквівалентна концентрація (нормальність) C_N , г-екв/л (г-екв/дм 3 , N), виражається числом еквівалентів розчиненої речовини в 1 л (1 дм 3) розчину.

Моляльність (молярна вагова концентрація) m , моль/кг розчинника (m) – число моль речовини, що міститься в 1 кг розчинника.

Техніка приготування розчинів

Розчини кислот і основ приблизної концентрації служать як допоміжні реагенти при виконанні аналітичних, препаративних й інших робіт. Концентрацію подібних розчинів розраховують або по ступеню розведення вихідних речовин (розчинів), або по масі речовини (зважується на технічних терезах), розчиненої у відомій масі (відомому об'ємі) розчинника. *Часто приблизну концентрацію розчинів визначають по величині густини розчину.*

Розчини з точною, заздалегідь встановленою концентрацією, які називають стандартними або титрованими розчинами, служать для визначення точної концентрації інших розчинів.

Незалежно від того, які по точності концентрації готують розчини, застосовувати треба тільки чисті вихідні речовини й воду високого ступеня очищення, а в ряді випадків (для розчинів NaOH , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) – очищену від CO_2 .

Необхідно мати на увазі, що швидкість розчинення твердої речовини залежить від розміру її частинок (подрібнена розчиняється швидше) та від температури.

Деякі речовини не змочуються водою й плавають на її поверхні, утворюючи тонку плівку. Для приготування водних розчинів подібних речовин рекомендують порошок спочатку змочити невеликою кількістю етилового спирту (якщо він інертний відносно компонентів розчину), а вже потім доливати воду.

Посудини для розчинення й зберігання розчинів лугів повинні бути обладнані хлоркальцієвими трубками, заповненими натронним вапном (суміш NaOH та $\text{Ca}(\text{OH})_2$), щоб захистити розчин від CO_2 . У деяких випадках розчини необхідно зберігати в атмосфері інертного газу (N_2 , CO_2). Розчини речовин, що розкладаються під дією світла, наприклад AgNO_3 , необхідно зберігати в посудинах з коричневого скла або вкритих чорним лаком (у крайньому випадку – загорнутих у чорний папір).

Розчини заданої концентрації готують із застосуванням мірних колб, у які вводять розраховану кількість речовини, що розчиняють. Для приготування розчину потрібної концентрації розведенням існуючого розчину в мірну колбу спочатку наливають через лійку необхідну кількість вихідного розчину, а потім наповнюють колбу до половини розчинником і обережно струшують круговими рухами, притримуючи рукою колбу за дно. Перемішування продовжують до повного перемішування рідин. Після цього колбу залишають на 5–10 хв. для вирівнювання її температури з навколишнім середовищем, потім доливають розчинник, не доводячи до мітки на 5–10 мм, і висушують горло над міткою згорнутим у трубочку шматком фільтрувального паперу. Нарешті доливають розчинник по краплях до мітки, намагаючись не замочити внутрішню частину горла. Наповнену колбу закривають пробкою і обережно

перемішують вміст, перевертаючи колбу; тримати її треба при цьому двома руками: лівою за основу, а правою – за горло із пробкою.

Якщо речовина, розчин якої хочуть одержати, у вихідному стані є кристалічною або може утворювати кристалогідрати, то спочатку необхідно провести її розчинення в невеликій кількості розчинника в стакані, а вже потім вводити одержаний концентрований розчин в мірну колбу. Розчинення речовин проводять звичайно в хімічних склянках при перемішуванні суміші твердої і рідкої фаз скляною паличкою з надягнутим на її кінець шматочком гумового або поліетиленового шланга. Коли розчинення речовини відбувається повільно, суміш нагрівають і застосовують механічне перемішування. Якщо розчинення ведуть при нагріванні, то порошок речовини вводять у рідину порціями. Поява на дні нагрівної посудини шару речовини, яка не розчинилася, може викликати місцевий перегрів посудини і її руйнування.

Методика виконання роботи

Якщо необхідно приготувати будь-який розчин (кінцевий) розведенням вже існуючого (початкового) розчину більшої концентрації, то спочатку необхідно перерахувати задані концентрації в усі інші широко вживані способи вираження та представити отримані величини у вигляді таблиці 5.1.

Таблиця 5.1 – Вихідні дані

Спосіб вираження концентрації	Розчин	
	початковий	кінцевий
молярна, моль/дм ³		
нормальна, г-екв/дм ³		
молярна, моль/кг		
ваговий відсоток, %		

Для перерахунку можна скористатись таблицею перерахунку концентрацій (додаток Б [8, с. 494–495]). Дані обчислення проводяться з точки зору зручності використання в розрахунках саме молярної концентрації, оскільки при розведенні кількість речовини залишається сталою, змінюється тільки об'єм

розчину за рахунок додавання розчинника, що може бути відображено у рівнянні

$$n_1 = n_2, \quad \text{або} \quad C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2,$$

де n – кількість розчиненої речовини; C – молярна концентрація; V – об'єм розчину; індекси 1 і 2 відносяться до розчинів з початковою та кінцевою концентрацією відповідно.

Величини густини початкового та кінцевого розчину можна одержати з довідкової літератури, наприклад, з [8]. Значення густини треба брати з якомога більшою точністю, для чого необхідно використовувати методи інтерполяції з табличних величин. Наприклад, інтерполяційний багаточлен Лагранжа для визначення величини y при значенні величині x , якщо відомі сусідні значення $x_1 < x < x_2$ та $y_1 < y < y_2$, виглядає як

$$y = y_1 \cdot \frac{(x - x_2)}{(x_1 - x_2)} + y_2 \cdot \frac{(x - x_1)}{(x_2 - x_1)}.$$

Також для визначення величини y при значенні величині x можна скористатись теоремою подібності, з якої

$$y = y_1 + (y_2 - y_1) \cdot \frac{(x - x_1)}{(x_2 - x_1)}.$$

Приклад 1. *Визначити, яку кількість розчину H_2SO_4 з концентрацією 3 моль/кг необхідно взяти для приготування 200 см³ розчину з концентрацією 10 %.*

Спочатку знайдемо з літературних даних величини густини розчинів. Для початкового розчину концентрація дана в одиницях молярності, тому переведемо спочатку у ваговий відсоток

$$P_1 = \frac{100 \cdot m_1 \cdot M_{H_2SO_4}}{m_1 \cdot M_{H_2SO_4} + 1000} = \frac{100 \cdot 3 \cdot 98}{3 \cdot 98 + 1000} = 22,72\%.$$

Випишемо з таблиці залежності густини від концентрації необхідні величини [8]:

$\rho, \text{г/см}^3$	P, %
1,135	19,42
1,170	23,95

Тоді

$$\rho_1 = 1,135 + (1,170 - 1,135) \cdot \frac{(22,72 - 19,42)}{(23,95 - 19,42)} = 1,1605 \text{ г/см}^3.$$

Для кінцевого розчину:

$\rho, \text{г/см}^3$	P, %
1,065	9,843
1,070	10,56

Тоді

$$\rho_2 = 1,065 + (1,070 - 1,065) \cdot \frac{(10,0 - 9,843)}{(10,56 - 9,843)} = 1,0661 \text{ г/см}^3.$$

Тепер переведемо концентрацію початкового та кінцевого розчинів у значення молярності:

$$C_M^1 = \frac{1000 \cdot \rho_1 \cdot m_1}{m_1 \cdot M_{\text{H}_2\text{SO}_4} + 1000} = \frac{1000 \cdot 1,1605 \cdot 3}{3 \cdot 98 + 1000} = 2,69 \text{ моль/дм}^3.$$

$$C_M^2 = \frac{10 \cdot \rho_2 \cdot P_2}{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}} = \frac{10 \cdot 1,0661 \cdot 10}{98} = 1,09 \text{ моль/дм}^3.$$

Оскільки відомо, що $V_2 = 200 \text{ см}^3$, то для приготування необхідно взяти такий об'єм розчину з концентрацією 3 моль/кг:

$$V_1 = \frac{C_M^2 \cdot V_2}{C_M^1} = \frac{1,09 \cdot 200}{2,69} = 81,0 \text{ см}^3.$$

Після проведення даних розрахунків визначають кількість (об'єм) початкового розчину, необхідну для приготування розчину заданої концентрації, та готують розчин, дотримуючись правил техніки безпеки. Одержаний розчин переливають у поліпропіленові ємності, на які наклеюють етикетки з відомостями про склад розчину, його концентрацію та прізвища тих, хто готував розчин.

В тому випадку, якщо необхідно приготувати розчин речовини, яка наявна у вигляді твердої солі, то перед початком роботи проводять перерахунок заданої концентрації в інші способи вираження концентрації та заносять розраховані величини до таблиці 5.2. Після цього визначають масу кристалічної солі, необхідної для приготування розчину. Необхідно звернути особливу увагу

на урахування кількості кристалізаційної води в тому випадку, коли сіль наявна в лабораторії у вигляді кристалогідрату.

Таблиця 5.2 – Вихідні дані

Спосіб вираження концентрації	Значення величини
молярна, моль/дм ³	
нормальна, г-екв/дм ³	
моляльна, моль/кг	
ваговий відсоток, %	

Приклад 2. Визначити масу солі $K_2Cr_2O_7$, необхідну для приготування 100 см^3 з концентрацією $0,3\text{ моль/дм}^3$, та розрахувати концентрацію розчину в одиницях молярності, нормальності та вагового відсотка.

Знайдемо кількість речовини $K_2Cr_2O_7$, що буде міститися у розчині об'ємом $100\text{ см}^3 = 0,1\text{ дм}^3$:

$$n(K_2Cr_2O_7) = C_M \cdot V = 0,3 \cdot 0,1 = 0,03\text{ моль.}$$

Необхідна маса солі

$$m(K_2Cr_2O_7) = n(K_2Cr_2O_7) \cdot M(K_2Cr_2O_7) = 0,03 \cdot 294 = 8,82\text{ г.}$$

В таблиці залежності густини від концентрації для розчину $K_2Cr_2O_7$ наводяться дані лише для вагового відсотка, тому перерахуємо концентрацію в молярність для усього діапазону значень:

P, %	$\rho, \text{ г/см}^3$	$C_{M,2}, \text{ моль/дм}^3$
1	1,0052	0,034
4	1,0264	0,140
8	1,0554	0,287
9	1,0628	0,325
10	1,0703	0,364

Визначаємо густину розчину з концентрацією $0,3\text{ моль/дм}^3$:

$$\rho = 1,0554 + (1,0628 - 1,0554) \cdot \frac{(0,3 - 0,287)}{(0,325 - 0,287)} = 1,0579\text{ г/см}^3.$$

Далі проводимо перерахунок в інші способи вираження концентрації:

$$\text{Нормальність} - C_n = C_M \cdot n = 0,3 \cdot 2 = 0,6\text{ г-екв/дм}^3;$$

$$\text{Молярність} - m = \frac{C_M}{\rho - C_M \cdot \frac{M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{1000}} = \frac{0,3}{1,0579 - \frac{294}{1000}} = 0,39 \text{ моль/кг } \text{H}_2\text{O};$$

$$\text{Ваговий відсоток} - P = \frac{C_M \cdot M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{10 \cdot \rho} = \frac{0,3 \cdot 294}{10 \cdot 1,0579} = 8,34 \%$$

Після цього готують розчин, як було вказано вище. Одержаний розчин переливають у поліпропіленові ємності, на які наклеюють етикетки з відомостями про склад розчину, його концентрацію та прізвища тих, хто готував розчин.

Приклади завдань

Завдання 1. Приготувати певний об'єм розчину кислоти (лугу, солі) заданої концентрації розведенням існуючого розчину.

Завдання 2. Приготувати певний об'єм розчину солі заданої концентрації з наважки твердої речовини.

Питання для самоконтролю

1. Дайте визначення поняттю «розчин».
2. Яку складову розчину називають розчинником, а яку – розчиненою речовиною?
2. Які розчини називають насиченими, ненасиченими та пересиченими? Назвіть головну ознаку насиченого розчину.
3. Яка різниця між насиченим та концентрованим розчином?
4. Опишіть методику приготування розчину з наважки твердої солі.
5. Опишіть методику приготування розчину розведенням більш концентрованого розчину.
6. Дайте визначення поняттю «розчинність».
7. Наведіть основні способи вираження концентрації розчину.

8. Опишіть елементарну лабораторну техніку визначення розчинності речовини.
9. На прикладі молярності та нормальності покажіть можливість взаємного перерахунку різних способів вираження концентрації розчину.

ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ ТА КОНЦЕНТРАЦІЇ РОЗЧИНІВ

Мета роботи: оволодіти навичками виконання операцій визначення густини рідин ареометричним, пікнометричним та гідростатичним методами; навчитись уточнювати концентрацію розчину фізичними та хімічними методами.

Обладнання та реактиви: дистильована вода; бюкси скляні; терези аналітичні ВЛА-200г-М, АДВ-200 М, ВСР-200-10g, ВЛР-200г та набір різноваг; неградуйовані циліндри 250 см³; піпетки Мора та градуйовані; набір ареометрів; бюретки; стандартні розчини 0,1 н НСl, 0,1 н NaOH; індикатори метилоранж, фенолфталеїн; конічні колби 250 см³; пікнометри 10, 15, 25, 50 см³; розчини речовин, приготовлених в лабораторній роботі 5.

Теоретичні відомості

Густина речовини (символ ρ , одиниця кг/м³, г/мл, г/см³) – величина, рівна відношенню маси речовини m до її об'єму V :

$$\rho = m/V.$$

Густину рідини або розчину можна визначити за допомогою ареометрів, гідростатичних терезів, пікнометрів та ін. способами.

Визначення густини за допомогою ареометрів. *Ареометри сталої маси* (інша назва – *денсиметри*) зазвичай є скляними. Вони мають у верхній частині паперову шкалу із зазначенням густини в розмірності г/см³. Нижня частина ареометра заповнена баластом (свинцеві дробинки), нерухомо закріпленим зв'язувальною речовиною. Баласт потрібний для зниження центра ваги ареометра, щоб останній при зануренні в рідину плавав у строго вертикальному положенні й перебував при цьому в стійкій рівновазі. На паперовій смужці у верхній трубці ареометра зазначена температура, при якій він відкалібрований, – звичайно це 20 °С.

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

Рідину для вимірювання густини наливають у скляний циліндр 3 (рис. 6.1) із діаметром, що вдвічі перевищує діаметр корпуса ареометра, і висотою більшою, ніж довжина ареометра. Циліндр перед заповненням рідиною

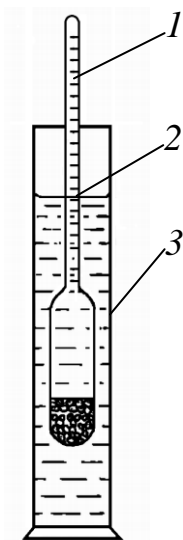


Рисунок 6.1 – Вимірювання густини розчину за допомогою ареометра:
1 – ареометр; 2 – точка зняття показань;
3 – циліндр з розчином.

необхідно вимити й висушити. Заповнений рідиною циліндр витримують у кімнаті доти, поки температура його вмісту не буде відрізнятися від температури навколишнього повітря на ± 2 °С. Після вирівнювання температур рідини й повітря в циліндр обережно опускають ареометр 1, взявши його двома пальцями за верхній кінець трубки. Ареометр при опусканні не повинен зачіпати стінки циліндра, його не випускають із пальців доти, поки відмітка шкали очікуваної густини не виявиться на 3...5 мм вище рівня рідини й не з'явиться впевненість у тому, що ареометр плаває. Якщо його відпустити передчасно, то при швидкому зануренні в рідину

він вдариться об дно циліндра й може розбитися. При зануренні ареометра рідина не повинна змочувати верхню трубку набагато вище відмітки вимірюваної густини. В іншому випадку показання ареометра будуть неточними. Занурений ареометр витримують у рідині 3–4 хв. для вирівнювання температур і визначають показання по нижньому краю меніска 2.

Якщо температура досліджуваної рідини помітно відрізняється від температури, зазначеної на ареометрі (20 °С), у показання вводять поправку, знайдену зі співвідношення

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

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

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

Визначення густини за допомогою пікнометрів використовують, коли необхідні точні вимірювання.

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

Густина рідини ρ при температурі t дорівнює (при рівності температур води й рідини)

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

де ρ_B – густина дистильованої води при температурі t .

Густина рідини визначають у такий спосіб. Вимитий і просушений пікнометр зважують на аналітичних терезах, потім заповнюють його свіжою дистильованою водою до рівня трохи вище мітки й витримують у термостаті при 20 °С. Коли температура води в пікнометрі, а отже, і її рівень перестануть змінюватися, надлишок води над міткою видаляють або за допомогою піпетки з капілярним кінцем, або смужкою фільтрувального паперу. Після цього пікнометр закривають пробкою й ретельно обтирають зовні шматком лляної або батистової тканини, яка не залишає на поверхні пікнометра волокон, дають

йому можливість прийняти температуру навколишнього повітря й зважують. Цю операцію повторюють 2–3 рази й знаходять середнє значення маси.

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

Щоб визначити за допомогою пікнометра густину твердої речовини, проводять три зважування: досліджуваної речовини на повітрі (m), пікнометра, наповненого чистою водою або іншою рідиною з відомою густиною, з якою тверда речовина не взаємодіє (m_1), і пікнометра, наповненого тією же рідиною із зануреною у неї досліджуваною речовиною (m_2). Густину твердої речовини ρ знаходять зі співвідношення:

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

де ρ_p – густина допоміжної рідини при температурі t .

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

Визначення густини гідростатичним методом. При гідростатичному зважуванні скляний поплавець 1 гідростатичних терезів або спеціально обладнаних для гідростатичного зважування аналітичних терезів опускають у досліджувану рідину 2 (рис. 6.2). Для визначення густини рідини спочатку зважують поплавець із його підвіскою (дротом) у повітрі (m_1), а потім у чистій воді (m_2) і після цього в досліджуваній рідині (m_3). Перші два вимірювання проводять заздалегідь і вже потім їх не повторюють. Рівень рідини в циліндрі

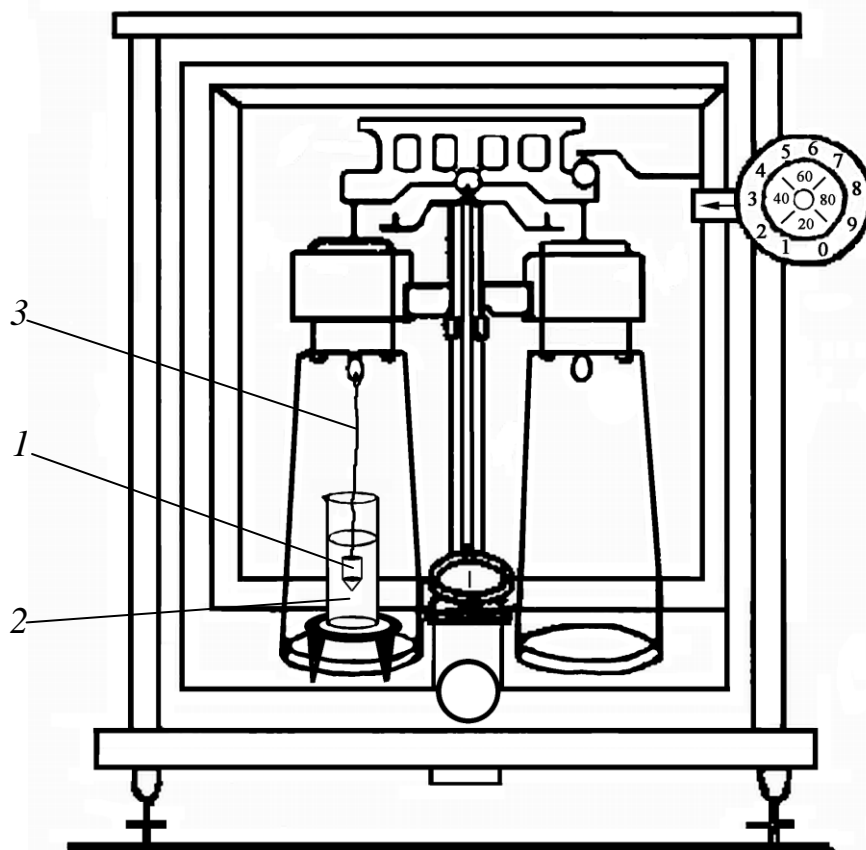


Рисунок 6.2 – Визначення густини методом гідростатичного зважування:
1 – поплавець; 2 – досліджувана рідина; 3 – дріт.

завжди повинен перебувати на одній і тій же відмітці, нанесеній на дріт 3, за який поплавець підвішений до коромисла терезів. Таким чином, частина дроту являє собою невелику сталу частку загального об'єму поплавця.

Густину досліджуваної рідини ρ (г/см³) при температурі t після вимірювання обчислюють за рівнянням

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

де ρ_p – густина води при температурі t .

Дріт для підвішування поплавця повинен бути дуже тонким і прямим, щоб зменшити вплив поверхневого натягу. Крім того, він не повинен взаємодіяти з рідиною. Довжина дроту, зануреної в рідину, звичайно береться не більше 15 мм, щоб звести до мінімуму зменшення маси в рідині. При гідростатичному зважуванні температуру рідини підтримують сталою і стежать за тим, щоб на поверхні поплавця і частині дроту, зануреної в рідину, не

осідали бульбашки повітря. Температуру рідини в циліндрі вимірюють із точністю до 0,1 °С до і після кожного зважування, приймаючи до уваги середнє з отриманих значень.

При визначенні густини твердої речовини ρ її підвішують замість поплавця. Твердою речовиною може бути або застиглий розплав, у якому закріплений дріт для підвіски, або монокристал чи полікристал, вирощені з розчину або розплаву на запалі, укріпленому на дроті-підвіску. Густину твердої речовини розраховують за рівнянням

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

де m_1 – маса твердої речовини на підвіску в повітрі, m_2 – її маса в еталонній рідині (дистильованій воді); ρ_P – густина еталонної рідини при температурі t .

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

Якщо терези з поплавцем калібрувались при 20 °С, то припустимі відхилення температури рідини ± 5 °С не вимагають спеціальних виправлень.

Уточнення концентрації розчину методом титрування

Визначити точну концентрацію лугу чи кислоти можна використовуючи метод кислотно-основного титрування (іноді називають методом нейтралізації). Як робочі титровані розчини застосовують стандартні розчини кислот і лугів. Цим методом визначають концентрацію кислот, лугів, солей слабких кислот і слабких основ, а іноді речовин, які реагують з такими солями. Можна роздільно визначати компоненти, які мають різні кислотно-основні властивості, у їх суміші. В основі титрометричного методу аналізу лежить **закон еквівалентів**: речовини взаємодіють одна з одною в певних масових кількостях, що відповідають їх хімічним еквівалентам, тобто $n_1 = n_2$, або $C_1V_1 = C_2V_2$, де n –

кількість еквівалентів реагуючої речовини; C – нормальна (грам-еквівалентна) концентрація речовини в одному із змішуваних розчинів; V – об'єм розчину, що взятий для титрування або пішов на титрування. Індокси 1 і 2 відносяться до титрованого розчину (титранту) та розчину, концентрацію якого необхідно визначити.

Основним рівнянням процесу нейтралізації у водних розчинах є взаємодія іонів гідроксонію (іонів гідрогену, протонів) з іонами гідроксили (гідроксид-іонами), що супроводжується утворенням слабкодисоційованих молекул води



або



Метод нейтралізації дозволяє кількісно визначати кислоти (за допомогою титрованих розчинів лугів), основи (за допомогою титрованих розчинів кислот) та інші речовини, що реагують у стехіометричних співвідношеннях з кислотами та основами у водних розчинах.

У випадку титрування розчинів можливо два варіанти проведення процесу:

- 1) пряме титрування – аліквоту аналізованого розчину титрують стандартним розчином;
- 2) зворотне титрування – до аліквоти аналізованого розчину (об'єм, відібраний для аналізу) додають відому надлишкову кількість стандартного розчину і відтитровують надлишок іншим стандартним розчином. Наприклад, у випадку титрування концентрованого розчину аміаку до аліквоти додають певну кількість стандартного розчину HCl , а потім її надлишок відтитровують стандартним розчином NaOH .

Точне встановлення точки еквівалентності, тобто того моменту, коли кількість доданого реактиву стане еквівалентною кількості речовини, що з ним реагує, має дуже важливе значення в об'ємному аналізі взагалі та в методі нейтралізації зокрема. Практично момент еквівалентності (точку

еквівалентності) встановлюють індикаторним методом за зміною забарвлення індикатора, 1–2 краплі якого додають в аналізований розчин.

Індикатори, які застосовують в методі кислотно-основного титрування, являють собою органічні барвники, які мають різне забарвлення в кислому та лужному середовищі. Ці зміни забарвлення залежать від рН розчину. Область значень рН, в якій відбувається зміна кольору індикатора, називають інтервалом переходу індикатора. До найбільш поширених індикаторів належать метиловий оранжевий та фенолфталеїн.

Метиловий оранжевий відноситься до двохкольорових індикаторів: в кислому середовищі він має червоне забарвлення, а в лужному – жовто-помаранчеве. Інтервал переходу для нього лежить в діапазоні рН 3,1...4,4. Метиловий оранжевий застосовується для визначення концентрації сильних кислот при їх титруванні лугами.

На відміну від метилового оранжевого фенолфталеїн є однокольоровим індикатором: в кислих розчинах він безбарвний, а в лужних набуває червоно-фіолетового (малинового) забарвлення. Фенолфталеїн найбільш часто застосовують при титруванні сильних основ кислотами (при визначенні концентрації лугу), інтервал переходу лежить в діапазоні рН 8,0...10,0.

Порядок визначення концентрації кислоти або лугу методом титрування слідуючий:

1. Відбирають аліквоту розчину, концентрацію якого хочуть визначити, та переносять її до конічної колби (4, рис. 6.3). Об'єм аліквоти зазвичай складає 1, 2 або 5 см³, при цьому якщо очікувана концентрація в аналізованому розчині більш ніж у 10 разів перевищує концентрацію титранту (зазвичай 0,1 моль/дм³ або 0,1 г-екв/дм³), то спочатку необхідно розвести аналізований розчин в мірній колбі в 10 або 100 разів, і відбирати аліквоту вже з розведеного розчину.

2. Додати до аліквоти індикатор – метиловий оранжевий при визначенні концентрації кислоти або фенолфталеїн при визначенні концентрації лугу, та титрувати стандартним розчином лугу або кислоти відповідно, фіксуючи об'єм титранту.

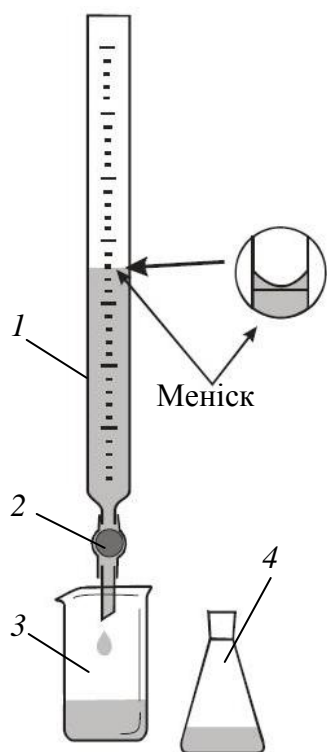


Рисунок 6.3 – Титрування розчинів: 1 – бюретка; 2 – кульковий клапан; 3 – стакан; 4 – конічна колба для титрування.

Для цього спочатку заповнюють бюретку 1 (рис. 6.3) стандартним розчином трохи вище за позначку, яка приймається за початок відліку, а потім надлишок розчину зливають в підготовлений стакан 3, натискаючи великим та вказівним пальцями на кульковий клапан 2. При цьому необхідно слідкувати, щоб в нижній частині бюретки не залишилось бульбашок повітря. Під час титрування конічну колбу тримають пальцями однієї руки, а пальцями іншої натискають на кульковий клапан та по краплям додають стандартний розчин, постійно перемішуючи розчин. Кінець титрування (еквівалентну точку) визначають по зміні забарвлення розчину від додавання однієї краплі стандартного розчину.

3. Титрування повторюють декілька разів, щонайменше тричі, поки об'єми титранту не будуть відрізнятися менш, ніж на $0,1 \text{ см}^3$.

4. Розрахувати середній об'єм лугу або кислоти, що пішов на титрування.

5. Розрахувати концентрацію кислоти або лугу у вихідному аналізованому розчині, використовуючи рівняння реакції при титруванні та закон еквівалентів.

Методика виконання роботи

В роботі для аналізу використовують розчини, приготовлені на попередньому лабораторному занятті.

Уточнити концентрацію отриманих розчинів можна або методом кислотно-основного титрування, або використовуючи довідкові дані про залежність густини розчину від концентрації [8]. В свою чергу, густину розчину визначають ареометричним, пікнометричним або гідростатичним

методами згідно із методиками, викладеними вище. Результати визначення густини наводять у вигляді таблиці 6.1.

Таблиця 6.1 – Результати визначення густини розчину

Походження величини	Значення ρ , г/см ³	
	Розчин 1	Розчин 2
таблична (очікувана) для аналізованого розчину		
ареометричний метод $\rho_{\text{ареом}}$		
пікнометричний метод $\rho_{\text{пiкн}}$		
гiдростатичний метод $\rho_{\text{гiдрост}}$		

Використовуючи значення густини розчину з довідкової літератури, визначають точну концентрацію отриманого розчину та розраховують відносну похибку значення отриманої концентрації

$$\delta = \frac{|C_{\text{отр}} - C_{\text{Т}}|}{C_{\text{Т}}} \cdot 100, \%$$

де $C_{\text{отр}}$ і $C_{\text{Т}}$ – отримана та теоретично очікувана величина концентрації для аналізованого розчину. Кінцеві результати заносять до таблиці 6.2.

В протоколі наводять усі розрахунки. У висновках по роботі необхідно проаналізувати причини виникнення розбіжностей між величинами густини, одержаними різними методами, та пояснити результати титрування.

Таблиця 6.2 – Результати експерименту

Походження величини	Розчин 1		Розчин 2	
	$C_{\text{н}}$, моль/дм ³	δ , %	$C_{\text{н}}$, моль/дм ³	δ , %
очікувана				
уточнена титруванням				
з величини $\rho_{\text{ареом}}$				
з величини $\rho_{\text{пiкн}}$				
з величини $\rho_{\text{гiдрост}}$				

Приклади завдань

Завдання 1. Уточнити концентрацію приготовлених розчинів виходячи з густини, визначеної ареометричним, пікнометричним та гідростатичним методами.

Завдання 2. Уточнити концентрацію приготовленого розчину кислоти (лугу) титруванням.

Питання для самоконтролю

1. Назвіть одиниці вимірювання густини та їх взаємний перерахунок.
2. Опишіть основні методи визначення густини рідких та твердих речовин в лабораторії.
3. Наведіть конструкцію денсиметра (ареометра) та опишіть порядок роботи з ним.
4. Опишіть методику визначення густини рідин пікнометричним методом.
5. Опишіть методику визначення густини рідин гідростатичним методом.
6. Опишіть методику визначення густини твердих речовин пікнометричним методом.
7. Опишіть методику визначення густини твердих речовин гідростатичним методом.
8. Опишіть методику визначення густини твердих речовин волюмометричним методом.
9. Наведіть формулювання закону еквівалентів та поясніть його сутність.
10. Що таке кислотно-основне титрування та які варіанти його проведення?
11. Опишіть методи визначення концентрації кислоти або лугу.
12. Наведіть методику математичної інтерполяції з табличних величин.

ВИЗНАЧЕННЯ ЕЛЕКТРОДНИХ ПОТЕНЦІАЛІВ

Мета роботи: оволодіти навичками підготовки електродних матеріалів та вимірювання електродних потенціалів; навчитись теоретично розраховувати потенціали можливих електродних реакцій та визначати потенціал-визначальний процес.

Обладнання та реактиви: дистильована вода; стакани на 50 см³; мірні циліндри 100, 250 см³; мірні піпетки; мірні колби 100, 250 см³; розчини з лабораторної роботи 5; металеві пластинки (мідь, свинець, нікель, залізо, цинк); графітові стрижні; електроди порівняння; фільтрувальний папір; лабораторний термометр типу ТЛ-2 0...100 °С; з'єднувальні дроти; цифровий мультиметр типу DT830В; ампервольтметр типу М2038, М253, М2015.

Теоретичні відомості

Електрохімічною системою називають послідовне з'єднання провідників I-го та II-го роду (рис. 7.1).

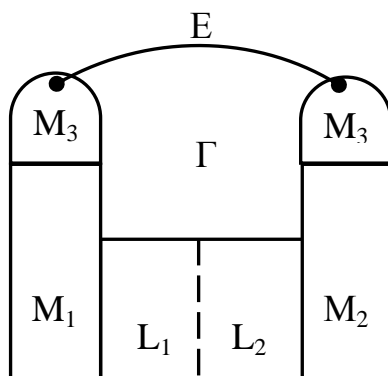


Рисунок 7.1 – Схема електрохімічної системи: M_1 , M_2 – електроди; L_1 , L_2 – розчини; M_3 – дроти вимірювального кола (металеві провідники); Γ – газова фаза; E – вимірювана ЕРС.

Електроліт – іонний провідник електрики (провідник II-го роду) – це реагенти, а також іонізовані або ті що сприяють іонізації реагентів речовини, які забезпечують проходження електричного струму.

Електроди – два електронпровідних тіла, що контактують з розчином електроліту та забезпечують обмін зарядами з учасниками електрохімічної реакції, а також передачу електронів у зовнішнє коло або їх отримання із зовнішнього кола. На електродах – на межі поділу двох фаз з різною електропровідністю – відбувається перенесення заряду і перебігають електрохімічні реакції, тобто саме тут локалізовано взаємне перетворення хімічної та електричної форм енергії. Електроди необхідно розглядати як найбільш важливу частину електрохімічної системи.

Зовнішнє коло – це металеві провідники (провідники I-го роду), які з'єднують електроди та забезпечують проходження струму між ними.

Електрохімічна система, яка виробляє електричну енергію за рахунок хімічних перетворень, що перебігають в ній, називається *хімічним джерелом струму* або *гальванічним елементом*. Електрод, який надсилає електрони у зовнішнє коло, називають *негативним електродом* (негативним полюсом елемента) – *анодом*. Електрод, який приймає електрони із зовнішнього кола, називають *позитивним електродом* (позитивним полюсом елемента) – *катодом*.

Електрохімічна система, в якій за рахунок зовнішньої електричної енергії відбуваються хімічні перетворення, називається *електролізером* або *електролітичною ванною*. Електрод, який приймає електрони від учасників реакції, має назву *анод* (позитивний електрод електролізера). Електрод, який віддає електрони учасникам реакції, має назву *катод* (негативний полюс електролізера). Частина електроліту, що примикає до анода, називається *анолітом*; та, що примикає до катода – *католітом*.

Оскільки втрата електронів відповідає реакції окиснення, а їх приєднання – реакції відновлення, то анод – це електрод, на якому відбувається окиснення, а катод – електрод, на якому відбувається відновлення.

Виникнення потенціалу

Якщо металеву пластинку занурити у воду, то полярні молекули води внаслідок гідратації поверхні спричинятимуть перехід гідратованих катіонів металу в розчин. При цьому електрони, що у надлишку залишаються в металі, заряджають його поверхневий шар негативно. Виникає електростатичне притягання між гідратованими катіонами, які перейшли в розчин, і поверхнею металу. У результаті цього в системі встановлюється рухлива рівновага:



де n – кількість електронів, що приймають участь у процесі. Рівновага має динамічний характер, процеси при рівновазі йдуть із однаковою швидкістю в прямому й зворотному напрямку. Ця швидкість, виражена в струмових одиницях (А) та віднесена до одиниці поверхні (cm^2 або m^2) межі поділу, має назву *струм обміну* i_0 і є кінетичною характеристикою рівноваги між електродом і розчином. Подвійний електричний шар, що виникає на межі поділу «метал – рідина», характеризується певним стрибком потенціалу, який називають *електродним потенціалом*. Величина цього потенціалу відповідає кількості електричної роботи, необхідної для перенесення одиниці заряду з однієї точки фази в іншу.

В стані рівноваги можливі такі часткові випадки.

1. Іони металу частково перейшли з розчину на електрод, і оскільки вони мають позитивний заряд, електрод в результаті цього переходу заряджається позитивно по відношенню до розчину та притягує до своєї поверхні негативно заряджені іони. Такий випадок більш властивий для металів із позитивною величиною електродного потенціалу, занурених у розчин своєї солі.

2. У випадку, коли частина атомів металу перейде у вигляді позитивних іонів у розчин, на електроді залишаться надлишкові електрони, електрод заряджається по відношенню до розчину негативно та притягує до своєї поверхні позитивні іони розчину. Таке явище найбільш часто зустрічається для металів з негативною величиною електродного потенціалу, занурених у розчин своєї солі.

3. Стрибок потенціалу може виникати на межі поділу «електрод – розчин» і в тому випадку, коли іони матеріалу електрода в розчині відсутні, тобто коли електрод в даному середовищі є інертним. Наприклад, якщо електрод з платини помістити в розведений розчин хлоридної кислоти та продувати через розчин водень, то останній буде адсорбуватись платиною і між адсорбованим воднем та розчином встановиться рівновага



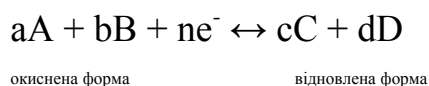
і між розчином та платиною виникне стрибок електричного потенціалу. Роль інертного матеріалу у виникненні стрибка потенціалу при цьому зводиться до приймання та віддачі електронів, які приймають участь в електродній реакції.

В загальному випадку залежність потенціалу будь-якого електрода від складу розчину та температури описується *рівнянням Нернста*:

$$E = E^0 + \frac{RT}{zF} \ln \frac{a_{\text{Ox}}}{a_{\text{Red}}} = E^0 + \frac{2,3RT}{zF} \lg \frac{a_{\text{Ox}}}{a_{\text{Red}}},$$

де E^0 – стандартний потенціал реакції, що перебігає на електроді; a_{Ox} і a_{Red} – активність потенціалвизначальних іонів (атомів, молекул), які знаходяться в окисненій або відновленій формі відповідно; R – універсальна газова стала, $R = 8,31$ Дж/(моль·К); T – абсолютна температура, К; F – число Фарадея, $F \approx 96500$ Кл/моль; z – кількість електронів, що беруть участь в електродній реакції.

Наприклад, для електродної рівноваги



можна записати

$$E = E^0 + \frac{2,3RT}{nF} \lg \frac{a_{\text{A}}^a \cdot a_{\text{B}}^b}{a_{\text{C}}^c \cdot a_{\text{D}}^d}.$$

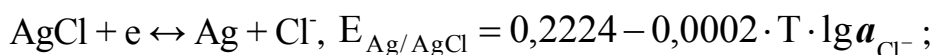
Якщо одним із учасників електродної рівноваги є газ, то для нього замість активності використовують величину парціального тиску. Активності твердих речовин та води, які можуть також брати участь в електродній реакції, приймають сталими і в рівняння Нернста не вводять.

Абсолютні значення електродних потенціалів виміряти неможливо, тому завжди визначають відносні електродні потенціали в певних умовах – так звані стандартні електродні потенціали E^0 , визначені в стандартних умовах (температура 298,15 К, тиск 101325 Па, активність іонів 1 моль/дм³) відносно водневого електрода, стандартний потенціал якого умовно прийнятий за нуль. Визначити електродний потенціал можна вимірюючи електрорушійну силу (ЕРС) електрохімічної системи, одним електродом якої є досліджуваний, а іншим – стандартний водневий електрод.

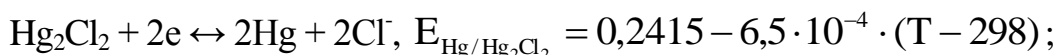
Стандартний водневий електрод являє собою пластину з платинованої платини, занурену у розчин сульфатної кислоти з активністю протонів 1 моль/дм³, і яка обдувається воднем, тобто парціальний тиск водню дорівнює 101325 Па.

Проте стандартний водневий електрод на практиці важко реалізувати внаслідок чутливості платини до різних домішок, тому звичайно для вимірювання потенціалів використовують інші електроди, які є більш стабільними і зручними у виготовленні та застосуванні, і потенціали яких відомі. Ці допоміжні електроди з відомим, добре відтворюваним потенціалом, називають *електродами порівняння*. До таких електродів порівняння належать (система, потенціалутворююча реакція та рівняння Нернста для розрахунку потенціалу):

– хлорсрібний Ag, AgCl | Cl⁻



– каломельний Hg, Hg₂Cl₂ | Cl⁻ (в насиченому розчині KCl)



– ртутносульфатний Hg, Hg₂SO₄ | SO₄²⁻



– ртутнооксидний Hg, HgO | OH⁻



та деякі інші.

Таким чином, визначити потенціал будь-якого електрода можна склавши гальванічний елемент, що складається з електрода порівняння та електрода,

потенціал якого хочуть визначити. При цьому на електроді, якому відповідає менше значення стандартного потенціалу, відбуватиметься реакція окиснення ($E_{\text{ок}}$), а на електроді з вищим його значення – реакція відновлення ($E_{\text{відн}}$), тобто в гальванічному елементі загальна окисно-відновна реакція може мимовільно відбуватися в тому напрямку, в якому електрохімічна напівреакція є окисною:

$$E_{\text{ЕРС}} > 0 \text{ або } E_{\text{ок}} - E_{\text{відн}} > 0.$$

Чим більшим є стандартний потенціал напівреакції, тим сильнішим окисником є окиснена форма речовини, і, навпаки, чим менший її стандартний потенціал (більш електронегативний), тим сильнішим відновником є відновлена форма речовини.

Визначення значень електродних потенціалів металів як в умовах поляризації електродів, так і при її відсутності проводяться при вивченні механізмів і кінетики електрохімічних процесів, що перебігають на межі поділу «метал – розчин».

Методика виконання роботи

Під час виконання даної лабораторної роботи проводять визначення електродних потенціалів у відсутності зовнішньої поляризації електрода. В цих умовах на межі поділу «електрод – розчин», в залежності від складу розчину, можуть встановлюватися як рівноважні (оборотні), так і нерівноважні (необоротні, компромісні, корозійні та інші) потенціали.

Для визначення електродних потенціалів збирають електричне коло (рис. 7.2), до складу якого входять електрохімічна комірка (ЕХК) із робочим електродом 1, проміжні стаканчики 4 і 5, сольові місткі 3, електрод порівняння 6 і вольтметр з високим вхідним опором 7.

Проміжні стаканчики і сольові місткі виконують подвійну роль. По-перше, вони утворюють електричний зв'язок між робочим електродом і електродом порівняння і об'єднують їх в єдину електрохімічну систему. По-друге, проміжні стаканчики і сольові місткі не дозволяють робочому розчину проникнути до електрода порівняння, що може призвести до зміни потенціалу електрода порівняння і, навпаки, не дозволяють розчину із електрода

порівняння перейти до робочого електроліту, а це також може вплинути на процеси, що відбуваються на поверхні робочого електрода, і, відповідно, на електродний потенціал. В якості сольових містків використовують фільтрувальний папірець, або скляні трубочки, заповнені агар-агаром, насиченим KCl або чистим розчином. Заповнення скляних сольових містків виконують за допомоги гумової груші.

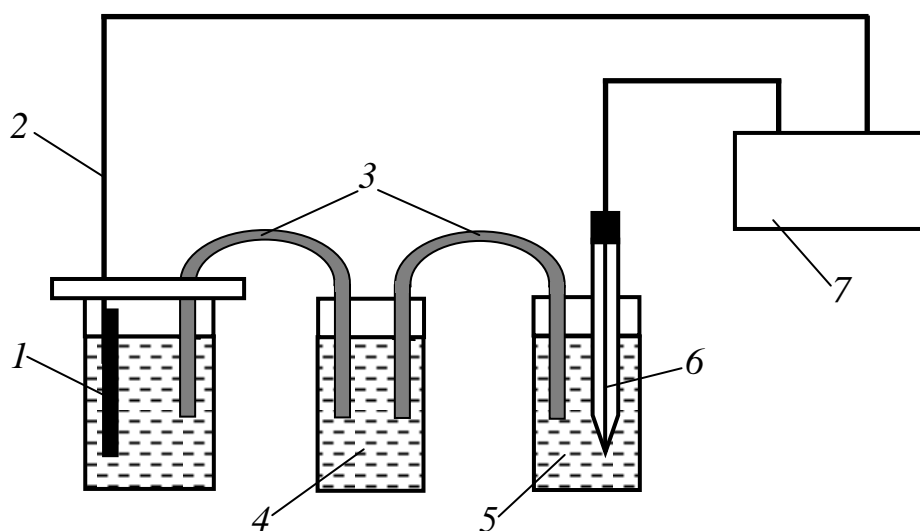


Рисунок 7.2 – Схема установки для вимірювання електродних потенціалів металів: 1 – робочий електрод; 2 – з'єднувальні провідники; 3 – сольові місткі; 4, 5 – проміжні стаканчики; 6 – електрод порівняння; 7 – високоомний вольтметр.

Використання вольтметра із високим входним опором виключає виникнення поляризації робочого електрода внаслідок його з'єднання із електродом порівняння. Такими вольтметрами є всі електронні прилади. Крім високого входного опору, ці прилади мають високу чутливість, швидкодію і роздільну здатність. Правила роботи із вольтметром надаються в паспорті до приладу.

Перед вимірюванням електродного потенціалу всі ємності заповнюються відповідними розчинами: ЕХК і стаканчик 4 заповнюються робочим електролітом, стаканчик 5 – електролітом того ж самого складу, що містить електрод порівняння, а між стаканчиками і ЕХК встановлюють сольові місткі.

Для визначення електродних потенціалів металів необхідно спочатку провести їх попередню обробку, що дозволяє отримати однорідну за хімічними і фізичними властивостями, стабільну і відтворювану, щодо активності, поверхню метала. В залежності від хімічного складу металу кожен електрод проходить свою індивідуальну обробку, але існують загальні етапи, які включають:

- термічне оброблення (гомогенізація складу поверхні);
- механічне зачищення (надання визначеної шорсткості);
- знежирення (видалення із поверхні плівки жирів);
- хімічне травлення (виділення деформованих і неоднорідних шарів металу);
- електрохімічне (катодна і анодна) оброблення в розчинах кислот або лугів;
- пасивування;
- активування.

Після 3-го – 7-го етапів проводять промивання поверхні електродів водою. Якщо метали попередньо не проходили механічного оброблення тиском, то перший етап обробки їх поверхні виключають.

Електроди, виготовлені із заліза, спочатку обробляють наждачним папером різної зернистості і знежирюють содою. Промивають спочатку у водопровідній, потім у дистильованій воді і травлять в розчині сульфатної кислоти концентрацією 1 моль/дм³, знов промивають дистильованою водою і занурюють в досліджуваний робочий розчин. Час травлення в розчині сульфатної кислоти при 25 °С не перевищує однієї хвилини.

Зразки із цинку, кадмію, міді і їх сплавів проходять таку ж саму механічну обробку, що й зразки, виготовлені із заліза. Зразки із цинку і кадмію травлять в розчині сульфатної кислоти, а міді – в 25 %-вому розчині нітратної кислоти (час травлення 5...15 сек.).

Зразки із алюмінію і його мідних сплавів (дюралюміній) також спочатку обробляють наждачним папером, потім травлять в 5 %-вому розчині лугу (1...2 хв.), промивають у дистильованій воді, травлять в 25 %-вому розчині нітратної кислоти (15...30 сек.) і знову промивають в дистильованій воді.

Електроди, виготовлені із графіту, спочатку обробляють дрібнозернистим наждачним папером, знежирюють содою і промивають дистильованою водою.

Після проведення обробки торкатися до поверхні електродів руками не можна. Для вимірювання потенціалів електроди підключають до вольтметра і після цього занурюють в робочі розчини. Заміри величин ЕРС проводять через визначені інтервали часу, починаючи із моменту їх занурювання в розчин, до встановлення їх сталого значення.

Значення виміряних ЕРС та визначених електродних потенціалів для різних матеріалів електродів, концентрацій і складу робочих розчинів вносять в таблиці 7.1 і 7.2 і будують графіки в координатах “Потенціал – концентрація (або логарифм концентрації)”.

Таблиця 7.1 – Результати визначення електродних потенціалів

Умови вимірювання		Значення ЕРС, В							
		Інтервали вимірювання, хвилини							
		0	1	5	10	15	20	25	30
Матеріал електрода									
Склад розчину									
Температура, °С									
Електрод порівняння і потенціал-утворююча реакція на ньому									

Для вірного визначення величини потенціалу електроди підключають до вольтметра наступним чином: електрод порівняння (ЕП) приєднують до чорного контакту вольтметра (“-”), а робочий електрод (РЕ) – до червоного (“+”). Тоді потенціал робочого електрода (по відношенню до нормального водневого електрода) буде визначатись з рівняння

$$E_{(H_2)}^{PE} = E_{EP} + E_{PC}.$$

Для кожної очікуваної електродної реакції розраховують значення рівноважного електродного потенціалу відповідно до рівняння Нернста та визначають похибку її вимірювання (табл. 7.2).

Таблиця 7.2 – Результати визначення електродних потенціалів

№	Концентрація електроліту C , моль/дм ³	Потенціал електрода по відношенню до електрода порівняння, ЕРС., В	Потенціал електрода по відношенню до водневого електрода (воднева шкала), $E_{(H_2)}$, В	Концентрація потенціал-визначальних іонів в електроліті, моль/дм ³	Теоретичне значення рівноважного потенціалу електрода, В	Похибка вимірювання електродного потенціалу, %

При аналізі отриманих значень потенціалів металів слід пам'ятати, що не для всіх металів можна визначити їх рівноважні значення. До таких відносяться метали, які не можна виділити із водних розчинів (такі, що мають значний негативний електродний потенціал), метали платинової групи, а також ряд інших металів. Крім того, в розчинах при низькій активності іонів металів ($C = 1 \cdot 10^{-4} \dots 1 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³) і в розчинах, що контактують із повітрям, на поверхні електродів одночасно із рівновагою за участю іонів металу можуть встановлюватися рівновага за участю молекул кисню, що знаходиться в розчиненому стані в цих розчинах (кисневий електрод), і рівновага за участю іонів водню (водневий електрод). Внаслідок цих додаткових електродних реакцій відбувається відхилення рівноважних потенціалів металів від їх теоретичних значень. На нерозчинних (графітових) електродах можливе встановлення електродної рівноваги за участю іонів металу, іонів водню або молекул розчиненого кисню. В тому випадку, якщо металева пластинка занурюється в розчин, який не містить іонів даного металу, то при розрахунку його електродного потенціалу у рівнянні Нернста використовують значення активності (концентрації) іонів металу 10^{-6} моль/дм³.

Рівновага на водневому електроді виражається рівнянням $2H^+ + 2e^- \leftrightarrow H_2$, а рівняння для розрахунку потенціалу електрода при $T = 298$ К:

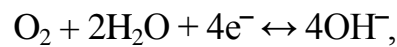
$$E_{H^+/H_2} = \frac{0,059}{2} \cdot \lg \frac{a_{H^+}^2}{p_{H_2}},$$

де a_{H^+} – активність іонів H^+ в електроліті; p_{H_2} – парціальний тиск водню, в атмосфері $p_{H_2} = 2 \cdot 10^{-5}$ атм.

З огляду на те, що $\lg a_{H^+} = -\text{pH}$, одержуємо

$$E_{H^+/H_2} = -0,0295 \cdot \lg p_{H_2} - 0,059 \cdot \text{pH}.$$

Аналогічно водневому електроду створюється кисневий електрод. Якщо на кисневому електроді перебігає реакція



то вираз для розрахунку електродного потенціалу має вигляд для $T = 298 \text{ K}$

$$E_{O_2/OH^-} = E^0_{O_2/OH^-} + \frac{0,059}{4} \cdot \lg \frac{p_{O_2} a^2_{H_2O}}{a^4_{OH^-}},$$

де $E^0_{O_2/OH^-}$ – стандартний потенціал кисневого електрода, рівний $+0,401 \text{ В}$ для наведеної реакції (в лужному середовищі). Оскільки активність води в ході реакції змінюється мало, то

$$E = E^0_{O_2/OH^-} + 0,0147 \cdot \lg \frac{p_{O_2}}{a^4_{OH^-}},$$

або

$$E_{O_2/OH^-} = 1,23 + 0,0147 \cdot \lg p_{O_2} - 0,059 \cdot \text{pH}.$$

Потенціал кисневого електрода приймає більш позитивне значення зі збільшенням тиску кисню (в атмосфері він складає $0,21 \text{ атм}$) і зменшенням pH .

Величину pH для розчинів електролітів можна розрахувати за наступними формулами:

– розчин сильної кислоти

$$\text{pH} = -\lg a_{H^+} = -\lg C_{\text{кислоти}} \left(\frac{1}{z} \right),$$

де $C_{\text{кислоти}} \left(\frac{1}{z} \right)$ – нормальна (еквівалентна) концентрація кислоти;

– розчин слабкої кислоти

$$pH = -\frac{1}{2} \lg K_{\text{кислоти}} - \frac{1}{2} \lg C_{\text{кислоти}} \left(\frac{l}{z} \right),$$

де $K_{\text{кислоти}}$ – константа дисоціації слабкої кислоти;

- розчин сильної основи

$$pH = 14 + \lg a_{\text{OH}^-} = 14 + \lg C_{\text{основи}} \left(\frac{l}{z} \right);$$

- розчин слабкої основи

$$pH = 14 - \frac{1}{2} \lg K_{\text{основи}} - \frac{1}{2} \lg C_{\text{основи}} \left(\frac{l}{z} \right);$$

- розчин солі, утвореної слабкою основою та сильною кислотою

$$pH = 7 + \frac{1}{2} \lg K_{\text{основи}} - \frac{1}{2} \lg C_{\text{солі}};$$

- розчин солі, утвореної слабкою кислотою та сильною основою

$$pH = 7 - \frac{1}{2} \lg K_{\text{кислоти}} + \frac{1}{2} \lg C_{\text{солі}};$$

- розчин солі, утвореної слабкою кислотою та слабкою основою

$$pH = 7 - \frac{1}{2} \lg K_{\text{кислоти}} + \frac{1}{2} \lg K_{\text{основи}}.$$

На основі співставлення значення потенціалів металів, визначених під час виконання лабораторної роботи, із значеннями потенціалів, розрахованими при різній активності іонів металів за рівнянням Нернста, роблять висновки про природу потенціалів. Потенціал можна вважати рівноважним, якщо експериментально визначене значення співпадає із розрахованим за рівнянням Нернста для даної реакції. В тому разі, якщо на електроді не досягнутий стан рівноваги внаслідок уповільненості електродного процесу або поганої підготовки поверхні, експериментально визначений потенціал буде відрізнятися від теоретично розрахованого і його називають нерівноважним. Якщо ж на електроді стає можливим перебіг декількох суміщених процесів (за участю іонів металу та молекул води або розчиненого кисню), то на електроді реалізується компромісний потенціал.

Приклади завдань

Завдання 1. Визначити потенціал, який встановлюється на електроді з металу в розчині його солі з концентрацією C , $0,1C$, $0,001C$ і $0,0001C$, та порівняти його з теоретично розрахованим.

Завдання 2. Визначити потенціал, який встановлюється на графітовому електроді в розчині солі з концентрацією C , $0,1C$, $0,001C$ і $0,0001C$, та порівняти його з теоретично розрахованим.

Завдання 3. Визначити потенціал, який встановлюється на металевому електроді в розчині кислоти з концентрацією C , $0,1C$, $0,001C$ і $0,0001C$, та порівняти його з теоретично розрахованим.

Завдання 4. Визначити потенціал, який встановлюється на графітовому електроді в розчині кислоти (лугу) з концентрацією C , $0,1C$, $0,001C$ і $0,0001C$, та порівняти його з теоретично розрахованим.

Питання для самоконтролю

1. Електрохімічна система: характеристика і переваги над іншими перетворювачами хімічної енергії в електричну.
2. Основні складові електрохімічних систем.
3. Які окисно-відновні процеси відбуваються на електродах в електрохімічних системах?
4. Електрохімічна комірка, її будова та призначення компонентів.
5. Класифікація електродів за призначенням.
6. Класифікація електродів за агрегатним станом.
7. Типи робочих електродів.
8. Електроди порівняння, призначення і типи.
9. Електрорушійна сила (ЕРС) електрохімічної системи і потенціал електрода.
10. Оборотні і необоротні, рівноважні і нерівноважні, компромісні електродні потенціали.
11. Рівняння Нернста для рівноважних потенціалів.

12. Потенціалвизначальні іони, густина струму обміну.
13. Стандартні електродні потенціали.
14. Поляризація електродів, поляризуємі і неполяризуємі електроди.
15. Визначення активності іонів металу і рН розчинів.
16. Види і методики попередньої обробки поверхні робочих електродів.
17. Схема установки для визначення електродних потенціалів металів.
18. Призначення проміжних ємностей і сольових місточків.
19. Порядок приведення установки для визначення електродних потенціалів металу до робочого стану.
20. Чому при визначенні електродних потенціалів використовують вольтметри із високим вхідним опором?

РОБОТА З ГАЗАМИ В ЛАБОРАТОРІЇ

Мета роботи: набуття навичок одержання газів в лабораторії, визначення їх витрати різними типами витратомірів; ознайомлення з пристроями для створення надлишкового тиску та розрідження.

Обладнання та реактиви: колба Бунзена; вакуумметр; водострумний насос; капілярний реометр; ротаметр; барабанний лічильник; склянки Салюцо-Вульфа; побудник витрат (повітряний компресор).

Теоретичні відомості

У лабораторній практиці досить часто застосовують гази. Їх використовують для синтезу речовин і створення захисної атмосфери в зоні реакції, що оберігає реагенти від впливу компонентів повітря. Гази в процесі робіт стискають, перетворюють у рідкий стан, від них звільняють посудини, якщо потрібний вакуум. Для одержання газів і їхнього зберігання потрібні спеціальні прилади. Багато труднощів виникає в дослідника при очищенні газів від домішок. Можна сказати, що експерименти з газами в порівнянні з дослідженнями, у яких використовують тверді і рідкі речовини, є найбільш складними в технічному відношенні.

Одержання газів

Значного поширення для одержання газів майже у всіх лабораторіях набув *апарат Киппа* (рис. 8.1). Він складається з колби-реактора 4, у яку, вийнявши верхню лійку 2, завантажують шматочки твердого реагенту 5. У нижню частину колби вставлений вкладиш 6 у вигляді скляного конуса із хвилястою бічною поверхнею. Вкладиш запобігає потраплянню частинок твердого реагенту в нижній резервуар.

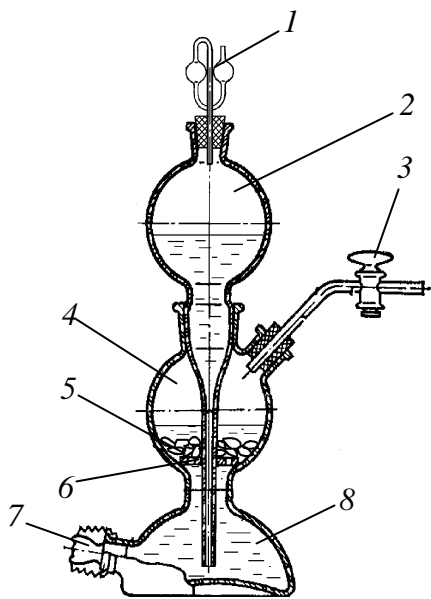


Рисунок 8.1 – Апарат Кіппа. Пояснення в тексті.

Після завантаження твердої речовини в колбу 4 лійку 2 ставлять на місце, змазавши попередньо змащенням шліфовані поверхні. Через лійку наливають в апарат рідкий реагент у такій кількості, щоб колба 4 була заповнена наполовину, при цьому кран випуску газу повинен бути відкритий. Утворений газ випускають із колби протягом 5-10 хв для повного витиснення повітря. Потім кран закривають, і рідина під тиском усе ще утвореного газу витісняється через резервуар 8 у лійку 2. У цій операції кран під лійкою повинен бути відкритий. Пробка 7 резервуара 8 потрібна

для видалення з апарата відпрацьованої рідини. Ця пробка викликає часто незручності в роботі - підтікає або не відкривається. Тому вона повинна бути ретельно пришліфована і змазана. Її звичайно закріплюють сильними пружинами, якщо в тубуса пробки 7 є скляні гачки. При їхній відсутності пробку надійно зміцнюють дротом. Щоб перешкодити виходу газу і пари рідкого реагенту, лійку 2 закривають запобіжною посудиною, заповненою невеликою кількістю води.

Для розбирання апарата при заміні реагентів спочатку відкривають пробку 7 і зливають рідину. Потім заливають апарат водою через лійку 2 і дають можливість воді промити посудини 2, 4 і 8, і знову воду спускають через тубус пробки 7. Тільки після цього виймають кран 3 з апарата, а за ним і лійку 2, і висипають залишки твердої речовини 5. Промивши ретельно апарат водою, збирають його.

Вимірювання тиску газу

Тиск (символ p , одиниця вимірювання – Паскаль, Па) визначають силою, яка діє перпендикулярно площині і рівномірно по ній розподілена:

$$p = F/S.$$

де F – сила, ньютон, Н; S - площа, m^2 .

Одиниця $1 \text{ Н/м}^2 = 1 \text{ Па}$, а $1 \text{ атм} = 101325 \text{ Па}$; позасистемна одиниця тиску "бар" дорівнює 10^5 Па . Для вимірювання тиску широко застосовують ртутні і водяні манометри. З ними зв'язані ще дві одиниці вимірювання тиску: міліметр ртутного стовпа (мм рт. ст.), або торр, і міліметр водяного стовпа (мм вод. ст.). Одиниця тиску 1 торр дорівнює гідростатичному тиску стовпа ртуті висотою 1 мм на плоску основу при $0 \text{ }^\circ\text{C}$. Одиниця тиску 1 мм вод. ст. дорівнює гідростатичному тиску стовпа води висотою 1 мм на плоску основу при $+4 \text{ }^\circ\text{C}$. Співвідношення між одиницями вимірювання тиску: $1 \text{ торр} = 133,322 \text{ Па}$, $1 \text{ атм} = 760 \text{ торр}$, $1 \text{ торр} = 13,5951 \text{ мм вод. ст.}$, $1 \text{ мм вод. ст.} = 9,807 \text{ Па} = 7,678 \cdot 10^{-2} \text{ торр}$.

Для вимірювання тиску застосовують рідинні, мембранні, пружинні, теплові і електричні манометри різних конструкцій з використанням простих і складних електронних і оптичних схем.

Манометри, призначені для вимірювання атмосферного тиску, називають *барометрами*, для вимірювання тиску нижче атмосферного – *вакуумметрами*, а для вимірювання різниці двох тисків, жоден з яких не є атмосферним, – *дифманометрами*, або *диференціальними манометрами*.

Вимірювання витрати газу

Регулювання витрати газу значно складніше регулювання витрати рідини. При будь-якому способі вимірювання газ спочатку повністю очищають від домішок аерозолі, оскільки жодна система вимірювання витрати газу не буде надійно працювати із забрудненою газовою фазою.

Для визначення витрати газу використовують такі пристосування як реометри, ротаметри, маностат-реометри та ін. Найчастіше застосовують реометри зі змінним капіляром або діафрагмою та ротаметри.

Реометри. У капілярних реометрах (рис. 8.2) капіляр 1 завжди прокалібрований для конкретного газу і певної манометричної рідини 2 . Тому кожен капіляр має свою шкалу 3 , на якій зазначені склад газу і манометричної

рідини. Манометричною рідиною може бути підфарбована вода, вазелінове або парафінове масло, чистий гас, ртуть, сульфатна кислота. Щоб капіляр забезпечував прямолінійну залежність швидкості газу від різниці його тисків до і після капіляра, довжину капіляра роблять у сто разів більше діаметра.

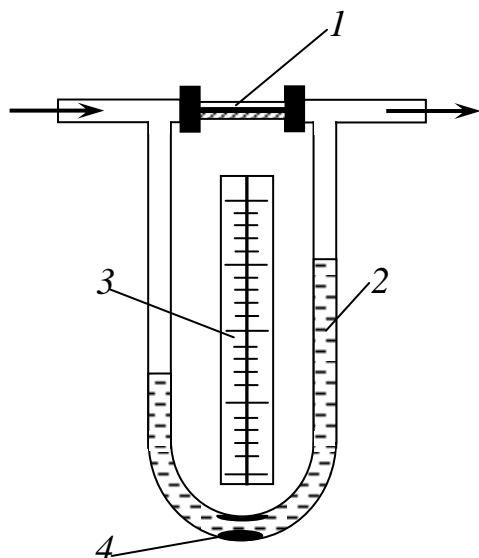


Рисунок 8.2 – Капілярний реометр:
1 – капіляр; 2 – манометрична рідина; 3 – відлікова шкала; 4 – запобіжне звуження.

Шкала кожного реометра проградуєвана в одиницях об'єму газу, що проходить через капіляр в одиницю часу (дм³/год, дм³/хв, см³/с, см³/хв і т.д.). Щоб вимірювання витрати газу реометром було правильним, потік газу не повинен бути пульсуючим, а перепад тиску в реометрі не повинен перевищувати 4·10⁴ Па, або 300 мм вод. ст. У цьому випадку відносна похибка вимірювання становить близько 1%.

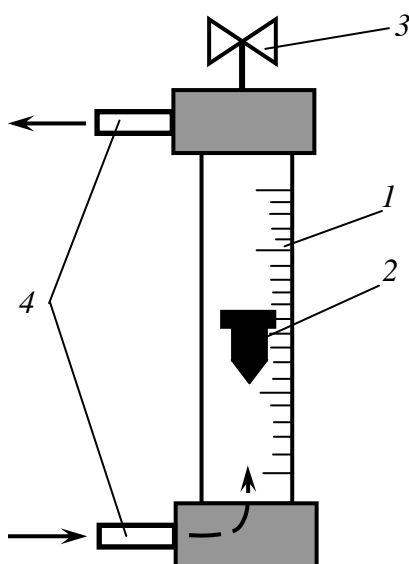


Рисунок 8.3 – Ротаметр:
1 – градуєвана трубка;
2 – поплавець;
3 – регулювальний гвинт;
4 – вхідний та вихідний штуцери.

Якщо реометр, відкалібрований для одного газу, потрібно використати для визначення витрати іншого газу V_2 , то отримане значення витрати V_1 (см³/хв) перераховують, використовуючи співвідношення

$$V_2 = V_1 \sqrt{\rho_1 \cdot \rho_2},$$

де ρ – густина відповідного газу.

Ротаметри. Газові ротаметри являють собою конічні або циліндричні трубки з поплавцем (рис. 8.3). При проходженні газу через трубку знизу нагору поплавець піднімається по трубці силою тиску газу на таку висоту, яка відповідає швидкості потоку, а отже, і витраті газу в одиницю часу. Газові ротаметри застосовують,

як правило, для вимірювання більших витрат, що досягають сотень літрів у хвилину.

Одержання вакууму та надлишкового тиску

Для створення необхідного вакууму або надлишкового тиску в лабораторних реакційних посудинах або приладах застосовують різні типи вакуум-насосів і невеликих компресорів. Замість компресорів часто використовують газові балони, з яких газ може надходити в робочий простір приладу або установки під тиском від 1 до 200 атм (0,1...20 МПа). Іноді застосовують для створення невисокого тиску газу (не більше 1 кПа) малогабаритні лабораторні вентилятори і газодувки.

Водоструминні насоси. Для одержання розрідження, що не перевищує 600–1300 Па (5–10 торр), застосовують водоструминні насоси, які діють за принципом інжектора. Вони можуть бути металевими, скляними і пластмасовими.

Водоструминні насоси працюють під напором водопровідної води, що надходить у насос через трубку 1 (рис. 8.4). Вода, проходячи з великою швидкістю через сопло 3 і дифузор 4, створює в невеликому зазорі між соплом і дифузором розрідження. Повітря навколо зазору захоплюється в напрямку водяного струменю і виводиться разом з водою через трубку 5 назовні. Зазор

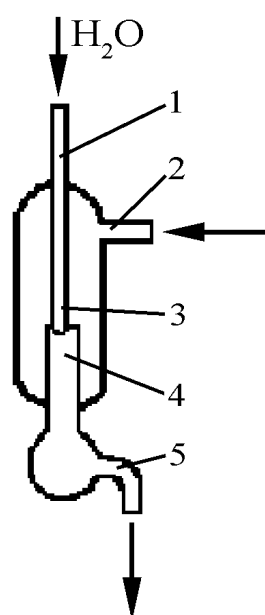


Рисунок 8.4 – Водоструминний насос. Пояснення в тексті.

між соплом і дифузором не повинен бути більше 0,3 мм, інакше насос не буде працювати.

Створюваний насосом вакуум залежить від конструкції приладу, тиску і температури води у водогінній мережі. Граничний вакуум, створюваний водоструминним насосом, не може перевищувати тиск пари води при даній температурі. Чим нижче температура води, що протікає через насос, тим більше розрідження можна одержати за інших рівних умов.

Водоструминний насос приєднують до водогінного крана за допомогою товстостінної гумової трубки, що закріплюють на крані і насосі металевими хомутами, але не дротом, який може розрізати гумовий шланг. Щоб перевірити справність водоструминного насоса, повільно пускають воду, а трубку 2, що всмоктує повітря, закривають вологим пальцем. Якщо палець присмоктує швидко, то насос придатний для роботи.

Між водоструминним насосом і посудиною, з якої видаляють повітря, повинна завжди знаходитись запобіжна склянка. Для цієї мети найкраще підходить трьохтубусна склянка Салюцо-Вульфа місткістю 1...2 дм³. При падінні тиску у водогінній мережі вода з насоса почне переливатися в запобіжну склянку, а не у вакуумовану посудину. У склянці одна скляна трубка доходить майже до дна, і її з'єднують із водоструминним насосом. Інша скляна трубка виступає із пробки у внутрішню частину склянки всього на 1–2 см. Її з'єднують із вакуумованою посудиною, наприклад, з колбою Бунзена для фільтрування. Середній тубус склянки Салюцо-Вульфа закривають пробкою із трубкою, що має кран. Якщо необхідно від'єднати вакуумовану посудину, не припиняючи роботу водоструминного насоса, то спочатку відкривають цей кран, а потім від'єднують посудину. Після цього можна закрити і водогінний кран насоса.

Методика виконання роботи

Визначити величину розрідження, яке створюється за допомогою вакуумного насоса, можна використовуючи вакуумметр (рис. 8.5). Для цього до всмоктувальної трубки водоструминного насоса 2 через товстостінний гумовий шланг приєднують з'єднані між собою за допомогою трійника мембранний вакуумметр 3 та вакуумована колба 4 (колба Бунзена). *Перед роботою потрібно обов'язково перевірити вакуумовану колбу на відсутність тріщин та дефектів скла, після чого загорнути колбу у рушник або в спеціальний захисний мішок!* Після перевірки насос приєднують до водогінної мережі 1 та повільно відкривають кран, встановлюючи рівномірний струмінь води. Для створення

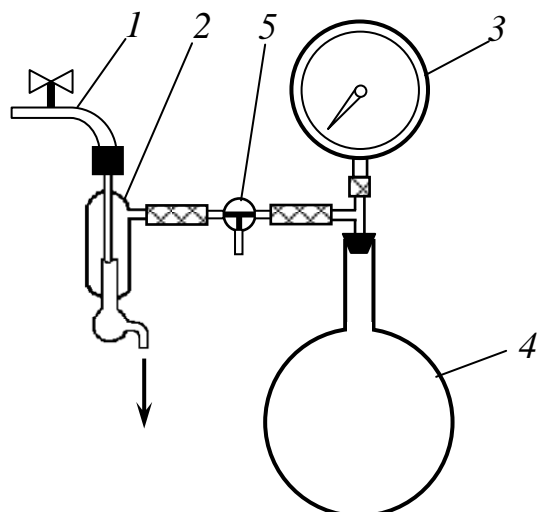


Рисунок 8.5 – Схема установки для визначення величини розрідження:
 1 – водогінна система; 2 – водострумний насос; 3 – вакуумметр;
 4 – вакуумована колба; 5 – трьохходовий кран.

вакууму в колбі 4 трьохходовий кран 5 повертають у положення \perp , при цьому за допомогою вакуумметра 3 визначають максимальне розрідження, якого можна досягти.

Водострумні насоси можуть створювати не тільки вакуум, але і надлишковий тиск, для чого можна використати установку, схема якої зображена на рис. 8.6. Реометр 6 і ротаметр 7 призначені для визначення витрати газу, який перекачує водострумний насос 2. Нижня частина водострумного насоса 2 вводиться в склянку 3 з нижнім тубусом для зливання води, і за допомогою крану 4 регулюють зливання води таким чином, щоб під час роботи насосу склянка 3 залишалась заповненою приблизно на $1/3$. Для створення розрідження трьохходові крани встановлюють в положення: 5 – \perp , 8 – \top , та знімають гумову трубку, яка з'єднує склянку 3 та кран 5, при цьому повітря засмоктується ззовні через кран 5, проходить через реометр 6, ротаметр 7 та потрапляє до насоса 2. Для роботи водострумного насоса в режимі газодувки трьохходові крани встановлюють в положення: 5 – \perp , 8 – \top і знімають гумову трубку, яка з'єднує кран 8 та ротаметр 7. В такому випадку з нижньої трубки насоса 2 виходить пароповітряна суміш, яка розділяється в

склянці 3, і повітря з невеликим надлишковим тиском виходить через верхню трубку і проходить через кран 5, реометр 6 і ротаметр 7.

Градування та періодичну перевірку реометрів та ротаметрів в лабораторії проводять, використовуючи барабанний газовий лічильник («газовий годинник») (рис. 8.7). Повітря зі сталою швидкістю від побудника витрат 1, в якості якого можна використовувати мембранний аерокомпресор, проходить через капіляр реометра 2 та трубку ротаметра 3, викликаючи встановлення певної різниці висоти стовпчика води в реометрі та піднімання поплавця на відповідну висоту. При цьому дійсну величину витрати визначають за допомогою барабанного лічильника 5. Змінюючи величину витрати, будують графіки залежності «різниця висоти стовпчиків води, см – витрата повітря, $\text{дм}^3/\text{хв.}$ » та «висота підняття поплавця, см – витрата повітря, $\text{дм}^3/\text{хв.}$ » при даній температурі.

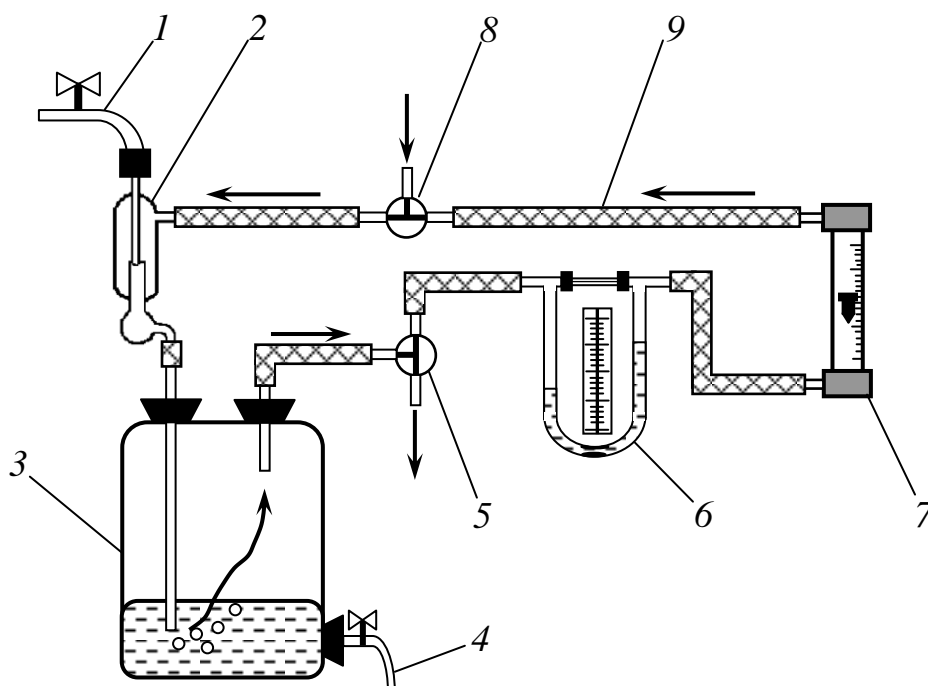


Рисунок 8.6 – Схема установки для створення розрідження та надлишкового тиску:

1 – водогінна система; 2 – водострумний насос; 3 – склянка Салюцо-Вульфа; 4 – кран для зливання води; 5, 8 – трьохходові крани; 6 – капілярний реометр; 7 – ротаметр; 9 – з'єднувальні шланги.

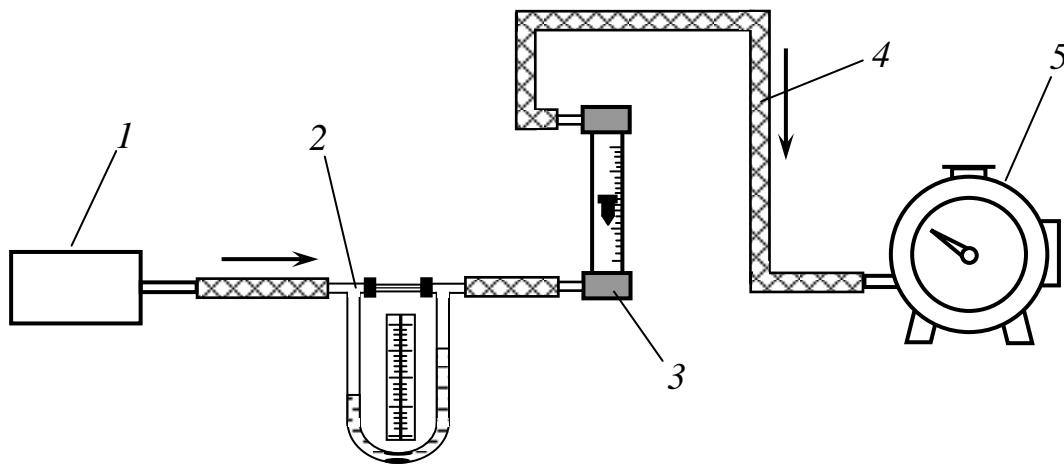


Рисунок 8.7 – Схема установки для калібрування реометра та ротаметра:

1 – побудник витрат повітря; 2 – капілярний реометр; 3 – ротаметр; 4 – з'єднувальні шланги; 5 – барабанний газовий лічильник.

Приклади завдань

Завдання 1. Визначити вплив температури води, швидкості водяного потоку та типу водострумного насосу на величину розрідження, якого можна досягти за допомогою водострумного насосу. Побудувати графічну залежність «Остаточний тиск – час роботи водострумного насосу».

Завдання 2. Використовуючи капілярний реометр та газовий ротаметр, визначити можливість застосування водострумного насоса як побудника витрати.

Завдання 3. Використовуючи повітряний компресор, побудувати калібрувальні графіки для ротаметра та капілярного реометра при температурі в лабораторії.

Питання для самоконтролю

1. Дайте визначення поняття «тиск», наведіть одиниці вимірювання та їх взаємний перерахунок.
2. Опишіть будову та принцип дії ртутного барометра.
3. Опишіть будову та принцип дії U-подібного дифманометра.
4. Назвіть основні типи пристроїв для визначення витрати газу.

5. Опишіть будову та принцип дії газового ротаметра.
6. Опишіть будову та принцип дії капілярного реометра.
7. Поясніть методику градуювання та перевірки пристроїв для визначення витрати газу.
8. Порівняйте принцип дії та межі застосування ротаметра та капілярного реометра.
9. Опишіть метод створення надлишкового тиску в лабораторних умовах.
10. Опишіть метод створення розрідження в лабораторних умовах.
11. Наведіть будову та поясніть принцип дії водоструминного насосу.

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Воскресенский П.И. Основы техники лабораторных работ. – М.: Госхимиздат, 1986. – 272 с.
2. Степин Б.Д. Техника лабораторного эксперимента в химии. – М.: Химия, 1999. – 600 с.
3. Захаров Л.Н. Техника безопасности в химических лабораториях: Справ. изд. – Л.: Химия, 1991. – 336 с.
4. Рачинский Ф.Ю., Рачинская М.Ф. Техника лабораторных работ. – Л.: Химия, 1982. – 432 с.
5. Гордон А., Форд Р. Спутник химика. – М.: Мир, 1976. – 543 с.
6. Захаров Л.Н. Начала техники лабораторных работ / Под ред. Х.В. Бальянова. – Л.: Химия, 1981. – 191 с.
7. Правдин П.В. Лабораторные приборы и оборудование из стекла и фарфора : Справ. изд. – М.: Химия, 1988. – 331 с.
8. Справочник химика. – Т.3. – М.–Л.: Химия, 1964. – 705 с.
9. Пискарева С.К., Барашков К.М., Ольшанова К.М. Аналитическая химия. – М.: Высш. шк., 1994. – 384 с.
10. Антропов Л.І. Теоретична електрохімія: Пер. з рос. / В.П. Ріжко: Підручник. – К.: Либідь, 1993. – 544 с.
11. Ротинян А.Л., Тихонов К.И., Шошина И.А. Теоретическая электрохимия. – Л.: Химия, 1981. – 423 с.
12. Дамаскин Б.Б, Петрий О.А. Основы теоретической электрохимии. – М.: Высшая школа, 1978. – 400 с.
13. Девис С., Джеймс А. Электрохимический словарь. – М.: Мир, 1979. – 289 с.
14. Методы измерения в электрохимии: В 2-х томах. Пер. с англ. / Под ред. Э. Егера, А. Залкинда. – М.: Мир, 1977. Т. 1. –585с.; Т.2. – 475 с.

15. Ньюмен Дж. Электрохимические системы. Пер. с англ./ Под ред. Ю.А. Чизмадзева. – М.: Мир, 1977. – 463 с.
16. Документація. Звіти у сфері науки і техніки. Структура і правила оформлення (ISO 5966:1982) : ДСТУ 3008–95. – [Чинний від 1995–01–01]. – К. : Держстандарт України, 1995. – 38 с. – (Державний стандарт України).
17. Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний (ISO 695-84, 719-85) : ГОСТ 21400–75. – [Действует от 2010–04–19]. – М. : Госстандарт СССР, 1991. – 7 с. – (Межгосударственный стандарт).
18. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (ISO 1024-83, 4788-80) : ГОСТ 1770–74. – [Действует от 1976–01–01]. – М. : Стандартиформ, 2006. – 12 с. – (Межгосударственный стандарт).
19. Приборы электроизмерительные аналоговые с непосредственным отсчетом. Наносимые условные обозначения : ГОСТ 23217–78. – [Действует от 1980–01–01]. – М. : Издательство стандартов, 1993. – 19 с. – (Межгосударственный стандарт).

Додаток А: Зразок оформлення титульної сторінки

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

Національний технічний університет України

“Київський політехнічний інститут”

Кафедра технології електрохімічних виробництв

Лабораторна робота

Робота з лабораторним посудом

з дисципліни “Техніка хімічного експерименту”

Виконав:

студент I курсу групи ХЕ—__

Прізвище, ім'я, по-батькові

Перевірив:

наук. ст., посада Прізвище І. П-б.

Київ – 201_

ДОДАТОК Б: ТАБЛИЦЯ ПЕРЕРАХУНКУ КОНЦЕНТРАЦІЙ

ТАБЛИЦЯ ПЕРЕРАХУНКУ КОНЦЕНТРАЦІЙ

Умовні позначення: E – еквівалентна маса розчиненої речовини; M – молекулярна маса розчиненої речовини; n – кількість грам-еквівалентів в 1 моль розчиненої речовини; ρ – густина розчину, г/см³.

Способи вираження концентрації Назва та визначення	Позначення	m	C_M	C_n	P	A (або s)
Молярна вагова концентрація (молярність) – кількість моль розчиненої речовини на 1000 г розчинника	m	$m = m$	$m = \frac{C_M \cdot M}{\rho - C_M} \cdot \frac{M}{1000}$	$m = \frac{C_n \cdot M}{\rho \cdot n - C_n} \cdot \frac{M}{1000}$	$m = \frac{1000P}{M(100 - P)}$	$m = \frac{10A}{M}$
Молярна об'ємна концентрація (молярність) – кількість моль розчиненої речовини в 1 дм ³ розчину	C_M	$C_M = \frac{1000\rho \cdot m}{m \cdot M + 1000}$	$C_M = C_M$	$C_M = \frac{C_n}{n}$	$C_M = \frac{10\rho \cdot P}{M}$	$C_M = \frac{1000A \cdot \rho}{M(A + 100)}$
Молярна концентрація еквівалентів (нормальність) – кількість грам-еквівалентів розчиненої речовини в 1 дм ³	C_n	$C_n = \frac{1000\rho \cdot m \cdot n}{mM + 1000}$	$C_n = C_M \cdot n$	$C_n = C_n$	$C_n = \frac{10\rho \cdot P}{E}$	$C_n = \frac{1000A \cdot \rho}{E(A + 100)}$
Ваговий відсоток – кількість грамів розчиненої речовини в 100 г розчину	P	$P = \frac{100m \cdot M}{m \cdot M + 1000}$	$P = \frac{C_M \cdot M}{10\rho}$	$P = \frac{C_n \cdot E}{10\rho}$	$P = P$	$P = \frac{100A}{100 + A}$
Розчинність – кількість грамів розчиненої речовини на 100 г розчинника	A (або s)	$A = \frac{m \cdot M}{10}$	$A = \frac{C_M \cdot M}{10(\rho - \frac{C_M \cdot M}{1000})}$	$A = \frac{C_n \cdot E}{10(\rho - \frac{C_n \cdot E}{1000})}$	$A = \frac{100P}{100 - P}$	$A = A$