Министерство образования и науки РФ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение

высшего профессионального образования

«Новгородский государственный университет

имени Ярослава Мудрого»

Институт сельского хозяйства и природных ресурсов

Кафедра фундаментальной и прикладной химии

**ОЧИСТКА ВЕЩЕСТВ**

***Методические указания к лабораторной работе***

Великий Новгород

2013

Очистка веществ. Методические указания к лабораторной работе / Составители: В.П. Кузьмичёва, В.А. Исаков – НовГУ, Великий Новгород, 2013 г. – 12 с.

Методические указания предназначены для студентов всех специальностей, изучающих химию.

**СОДЕРЖАНИЕ**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| ВВЕДЕНИЕ | | 4 |
| 1 | ЦЕЛЬ РАБОТЫ | 4 |
| 2 | ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ | 4 |
|  | 2.1 Классификация методов очистки веществ | 4 |
|  | 2.2 Очистка перекристаллизацией из раствора | 5 |
|  | 2.3 Очистка возгонкой (сублимацией)  2.4 Очистка перегонкой (дистилляцией) | 6  6 |
|  |  |  |
| 3 | ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ | 6 |
| 4 | ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ | 7 |
|  | 4.1 Очистка растворимых солей методом перекристаллизации | 7 |
|  | 4.2 Очистка летучих твердых веществ методом сублимации  4.3 Очистка воды от растворенных в ней солей методом перегонки | 9  9 |
| 5 | ТРЕБОВАНИЯ К СОДЕРЖАНИЮ И ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТА | 10 |
| 6 | ВОПРОСЫ И ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ | 11 |
| ЛИТЕРАТУРА  ПРИЛОЖЕНИЕ. Растворимость солей (в граммах на 100 г воды) при различных температурах | | 11  12 |

**ВВЕДЕНИЕ**

Применяемые для работ в лаборатории вещества должны быть достаточно чистыми, так как истинные свойства индивидуальных веществ проявляются лишь тогда, когда они очищены от примесей, сопутствующих им в природным материалах, а также от загрязнений, попадающих в них в процессе получения.

Для получения индивидуального и чистого вещества его нужно выделить из смеси с другими веществами и удалить из него примеси других веществ.

Абсолютно чистое вещество получить невозможно. Применяемые в лабораторной практике вещества имеют различную степень чистоты, которая изменяется в некоторых пределах, устанавливаемых стандартами.

Для вырабатываемых химической промышленностью продуктов применяют специальные наименования, обозначающие ту или иную степень чистоты. Продукт, содержащий большое количество примесей называют техническим. По мере его очистки получают следующие торговые сорта: «чистый» (ч.), «чистый для анализа» (ч.д.а.), «химически чистый» (х.ч.). Кроме того, применяются реактивы квалификации: «спектрально чистый» (сп.ч.), «особой чистоты» (ос.ч.), «очищенный» (оч.).

Очистку веществ от примесей производят различными методами. Выбор этих методов определяется свойствами веществ и областью их применения.

**1 ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Приобретение навыков очистки веществ различными способами.

**2 ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**

**2.1 Классификация методов очистки веществ**

Методы очистки и разделения веществ классифицируются по своей природе на две принципиально различные группы – механические и химические, точнее, термодинамические.

*Механические* основаны на отделении крупных частиц одного или нескольких веществ от другого или других, находящихся в более раздробленном состоянии. К методам механического разделения относятся фильтрования, а также декантация, центрифугирование и др.

*Термодинамические* методы основаны на переходах вещества из одной фазы в другую. К этому классу методов очистки относятся перекристаллизация, возгонка, перегонка (дистилляция), хроматография, электролиз и многие другие. К этому же классу методов можно отнести и отделение одного вещества от другого при помощи химической реакции. Если реакции подвергается нужное вещество, то после отвода его из зоны реакции в виде некоторого нового соединения последнее разлагают для получения исходного вещества. В ряде случаев четкой границы между двумя классами методов провести не удается.

**2.2 Очистка перекристаллизацией из раствора**

Перекристаллизация состоит в растворении кристаллического вещества в соответствующем растворители с последующем выделением кристаллов этого вещества из раствора. Для неорганических веществ растворителем чаще всего является вода.

Метод перекристаллизации основан на том, что растворимость веществ изменяется с температурой и на свойстве кристаллов не включать (почти не включать) в свою решетку посторонние вещества. Если растворимость значительно уменьшается с понижением температуры (KNO3, K2Cr2O7), то перекристаллизацию производят охлаждением горячих концентрированных растворов. В случае небольшого изменения растворимости с температурой (NaCl) раствор сначала упаривают, а затем охлаждают.

Под растворимостью вещества (S) понимают содержание (концентрацию) растворенного вещества в насыщенном растворе при данной температуре. Ее принято выражать массой растворенного вещества в г (m) в 100 г растворителя:

Зависимость растворимости от температуры определяют по справочным таблицам. Если приготовить насыщенный раствор при более высокой температуре t2,содержащий m2 г вещества на 100 г воды, а затем охладить до температуры t1, при которой растворимость составляет m1, то выпадет осадок в количестве m2 – m1 г.

Выделяющиеся кристаллы содержат меньше примесей, чем исходные, так как при охлаждении *маточный* раствор (насыщенный раствор соли, который остается после отделения выпавших кристаллов) является насыщенным относительно основного вещества и ненасыщенным по отношению к примесям.

При медленном понижении температуры образуются крупные кристаллы. Рост их сопровождается «захватыванием» незначительных количеств маточного раствора, содержащего примеси других веществ. При быстром охлаждении получаются мелкие кристаллы, почти свободные от примесей. При повторных перекристаллизациях чистота вещества повышается. Уменьшение примесей достигается также промыванием кристаллов растворителем после отделения их от маточного раствора.

**2.3 Очистка возгонкой (сублимацией)**

Возгонка – это непосредственное превращение твердого вещества в пар без образования жидкости. Когда температура кристаллического вещества достигает температуры возгонки, вещество, не плавясь, переходит в пар. Пар – это газ над жидкой или кристаллической фазами того же вещества. Если кристаллическое вещество содержит примеси, которые при этой температуре обладают намного более низким давлением пара, то в газовой фазе оно будет находиться практически без примесей. При последующей конденсации образуются чистые кристаллы этого вещества. Часто возгонку проводят в присутствии веществ, которые вступают в химическое взаимодействие с примесями.

**2.4 Очистка перегонкой (дистилляцией)**

Этот способ очистки основан на превращении загрязненной жидкости в пар, не содержащий примесей, с последующей его конденсацией в жидкость. Для ускорения очистку проводят обычно при кипении жидкости, т.е. при том давлении паров жидкости, которое равно атмосферному.

Перегонкой очищают природную воду от растворенных в ней веществ, имеющих меньшее давление пара при 100 °С. В результате получают дистиллированную воду, содержащую соли в очень малых количествах. Повторной перегонкой получают бидистиллят, еще более очищенную воду, используемую для научных исследований.

**3 ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ**

Необходимо соблюдать общие правила работы в химической лаборатории:

1. излишек реактивов не высыпать и не выливать обратно в сосуд из которого он был взят;
2. после употребления реактива банку или склянку тотчас же закрыть пробкой и поставить на место;
3. при наливании реактивов не наклоняться над сосудом во избежании попадания брызг на лицо или платье;
4. не наклоняться над сосудом с нагреваемой жидкостью, так как иногда ее может выбросить из сосуда.

**4 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ**

**4.1 Очистка растворимых солей методом перекристаллизации**

Соли для очистки: хлориды натрия, калия, аммония, нитрат калия, дихро­мат калия, сульфаты калия и меди, алюмокалиевые квасцы. Предлагаемые для очистки вещества содержат нерастворимые примеси и примеси растворимых в воде хлоридов и (или) сульфатов. Перед началом работы постройте график зависимости растворимости очищаемой соли от температуры с использованием справочных данных и выберите одну из предложенных ниже методик перекристаллизации или их комбинацию. Теоретический выход должен составлять не менее 60 %.

Рассчитайте количества соли и воды, необходимые для получения 30-40 г насыщенного при 60 °С раствора. Налейте в стакан отмеренное цилиндром рассчитанное количество дистиллированной воды. Стакан поставьте на электрическую плитку с асбестовой сеткой или стеклокерамической пластиной. Поместите в воду навеску предварительно растертой в ступке соли и нагрейте раствор почти до кипения при перемешивании стеклянной палочкой.

Полученный горячий раствор профильтруйте через складчатый фильтр, используя воронку для горячего фильтрования.

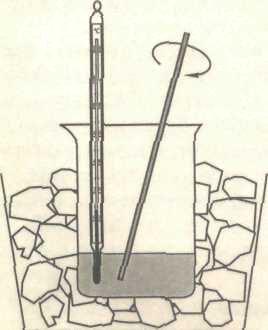


Рис. 1. Охлаждение раствора в бане со льдом и водой

Предлагаются следующие методики перекристаллизации.

*Перекристаллизация без удаления растворителя:*

1. Для солей, растворимость которых сильно зависит от температуры, раствор после горячего фильтрования охладите сначала на воздухе, а затем в бане со льдом (и водой) почти до 0 °C (рис. 1) при непрерывном перемешивании. Температуру, до которой был охлажден раствор для кристаллизации, запишите в рабочий журнал.

2. Для очистки солей, растворимость которых мало зависит от температуры, можно использовать метод высаливания. Для этого раствор соли после горячего фильтрования охладите до комнатной температуры и добавьте равный по объему раствор концентрированной соляной кислоты (в вытяжном шкафу).

*Перекристаллизация с удалением растворителя (упаривание раствора)*

Для солей, растворимость которых мало зависит от температуры, раствор перенесите во взвешенную фарфоровую чашку и упарьте на водяной бане приблизительно до половины начального объема. Затем раствор охладите до комнатной температуры (запишите ее в рабочем журнале), чашку с раствором протрите снаружи от воды, взвесьте и найдите потерю массы растворителя.

Выпавшие кристаллы отфильтруйте под уменьшенным давлением на во­ронке Бюхнера с бумажным фильтром или на воронке со стеклянным фильт­рующим дном (стеклянный фильтр) и промойте минимальным (соизмеримым с объемом соли) количеством охлажденной дистиллированной воды. Фильтрат сохраните.

Выбор фильтра (стеклянный или бумажный фильтры) и его пористость определяется количеством вещества, агрессивностью фильтруемого раствора по отношению к материалу фильтра и размером частиц.

Растворите в пробирке с 1 - 2 мл дистиллированной воды несколько кри­сталликов полученного вещества и добавьте одну-две капли раствора нитрата серебра для определения примеси хлоридов, или раствора хлорида бария для определения примеси сульфатов. При определении примесей сульфатов в ди­хромате калия в исследуемый раствор добавьте концентрированной соляной кислоты. Аналогично проанализируйте фильтрат на присутствие в нем примесей хлоридов или сульфатов. Если кристаллы все еще содержат примеси, проведите повторную перекристаллизацию. Для этого взвесьте полученное вещество, рассчитайте количество воды, необходимое для приготовления насыщенного при 60 °С раствора, проведите все операции, как и в первый раз, кроме горячего фильтрования.

Перекристаллизованное вещество, за исключением кристаллогидратов и хлорида аммония, поместите в сушильный шкаф и сушите при 60°С до посто­янной массы. Для контроля полноты высушивания рекомендуется каждые 15 -20 мин вынимать чашку с кристаллами из сушильного шкафа, охлаждать на воздухе или в эксикаторе и взвешивать. Если после повторного взвешивания масса кристаллов не изменилась, можно считать, что соль высушена.

Хлорид аммония и кристаллогидраты сушите на воздухе при комнатной температуре (кристаллы не должны прилипать к стеклянной палочке). Сухие соли поместите в герметичные бюксы минимального объема. Рассмотрите под микроскопом и зарисуйте форму полученных кристаллов.

С использованием таблиц растворимости и экспериментальных значений температуры кристаллизации рассчитайте теоретический выход в предположе­нии отсутствия примесей. Рассчитайте практический выход в процентах от ис­ходной навески и от теоретического выхода.

**4.2 Очистка летучих твердых веществ методом сублимации**

На дно низкого стакана 1 без носика положите 1,0 г кристаллического йода и 0,2 г иодида калия для удаления возможных примесей хлора и брома (рис. 2). Закройте стакан маленькой колбой 2 с отростком, заполненной холодной водой со льдом. Поместите стакан на асбестовую сетку и осторожно нагрейте его на горелке. Нагревание прекратите после возгонки всего йода, что можно заметить по исчезновению окрашенных паров йода в стаканчике. Кристаллы возогнанного йода поместите в бюкс и взвесьте. Рассмотрите форму кристаллов (без микроскопа!). Рассчитайте выход продукта в процентах от исходной навески йода.

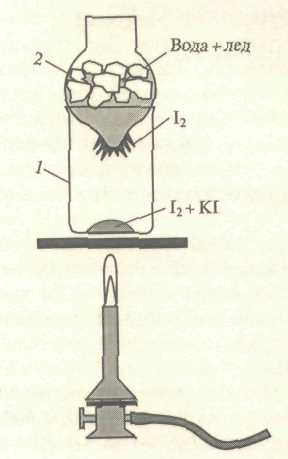


Рис. 2. Прибор для сублимации йода: 1 – стакан; 2 – колба

**4.3 Очистка воды от растворенных в ней солей методом перегонки**

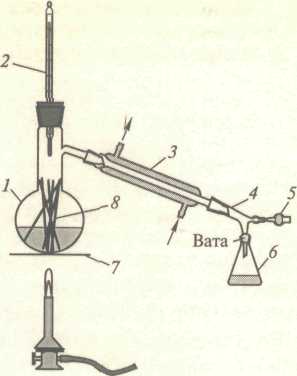
Соберите прибор для перегонки (рис. 3). Установите термометр таким образом, чтобы ртутный шарик термометра находился на одном уровне с отводной трубкой из колбы или несколько ниже ее. Приготовьте 10 - 15 стеклянных капилляров длиной, несколько превышающей диаметр колбы, запаянных с одного конца, и поместите в колбу для перегонки не запаянным концом вниз.

Определите плотность исходного раствора, содержащего при­меси сульфата меди или хлорида натрия, его температуру, рН. Очищаемую воду налейте в перегонную колбу Вюрца 1; объем жидкости при этом не должен превышать 150 мл и занимать не более половины объема колбы. Для равномерного кипения жидкости добавьте «кипелки» (капилляры) иначе при перегреве жидкости может произойти взрыв. Заполните холодильник 3 проточной водой, причем вода должна поступать снизу вверх.

Нагрейте раствор в колбе до кипения горелкой через асбестовую сетку или стеклокерамическую пластину (колбонагревателем или на песчаной бане). Перегонку ведите с такой скоростью, чтобы на кончике ртутного шарика термометра 2 все время находилась капля жидкости (но не капала). Обычно скорость перегонки составляет одну-две капли в секунду на выходе из холодильника. После того как в колбе-приемнике 6 соберется около 5 мл воды, поменяйте приемник. Перегонку можно закончить, когда в приемнике соберется жидкость в количестве, достаточном для определения ее плотности, измерения электропроводности и рН.

Запишите в рабочем журнале температуру конденсации воды на ртутном шарике термометра, соответствующую температуре кипения очищенной воды (Ткип) с указанием величины атмосферного давления. Перегнанную воду охла­дите до комнатной температуры и подтвердите химическим путем отсутствие в ней исходной соли. Измерьте температуру воды и определите плотность и рН очищенной воды для данной температуры. Что и как изменилось по сравнению с исходным раствором? Сравните полученные результаты со справочными данными для чистой воды и сделайте вывод о степени очистки воды таким методом.

Рис. 3. Прибор для перегонки воды:



1 – колба Вюрца; 2 – термометр; 3 – холодильник; 4 – аллонж; 5 – хлоркальциевая трубка с натронной известью; 6 – колба-приемник; 7 – асбестовая сетка или песчаная баня; 8 – капилляры

**5 ТРЕБОВАНИЯ К СОДЕРЖАНИЮ И ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТА**

Отчет должен быть оформлен в соответствии с общими требованиями к текстовым документам (СТО 1.701-2010).

По каждому опыту необходимо описать наблюдаемые явления и сделать теоретическое объяснение в выводе.

**6 ВОПРОСЫ И ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ**

1. Почему при перекристаллизации раствор нагревают почти до кипения, хотя готовят насыщенным при температуре 60 °С?
2. От каких примесей происходит очистка при горячем фильтровании?
3. Почему при перекристаллизации происходит очистка от растворимых примесей?
4. Какие соли нельзя разделить методом перекристаллизации?
5. Каких потерь нельзя избежать в процессе перекристаллизации?
6. Какие вещества и от каких примесей можно очистить методом сублимации?
7. Зачем при очистке йода возгонкой добавляют иодид калия?
8. Зачем используются капилляры при перегонке воды?
9. От каких примесей нельзя очистить воду простой перегонкой?

**ЛИТЕРАТУРА**

1. Ахметов, Н.С. Общая и неорганическая химия: Учеб.для вузов / Н. С. Ахметов. – 7-е изд.,стер. – М.: Высшая школа, 2008. – 742 с.
2. Ахметов, Н.С. Лабораторные и семинарские занятия по общей и неорганической химии: Учеб.пособие для студентов ун-тов,хим.-технол.и пед.вузов / Н. С. Ахметов, М. К. Азизова, Л. И. Бадыгин. – 5-е изд.,испр. – М.: Высшая школа, 2003 (2002). – 366 с.
3. Гельфман, М.И. Неорганическая химия: Учеб.для вузов / М. И. Гельфман, В. П. Юстратов. – 2-е изд.,стер. – СПб.: Лань, 2009. – 527 с.
4. Практикум по неорганической химии: Учебное пособие для студ. высш. уч. заведений / В.А. Алешин, К.М. Дунаев, А.И. Жиров и др; под ред. Ю.Д. Третьякова. – М.: Издательский центр «Академия», 2004. – 384 с.

**Приложение**

Растворимость солей (в граммах на 100 г воды)

при различных температурах

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Температура, °С** | **NaCl** | **NaNO3** | **Na2SO4·10H2O1** | **KNO3** | **K2Cr2O7** | **(NH4)2SO4** | **Ca(CH3COO)2** | **CuSO4·5H2O1** |
| 0 | 35,5 | 72,7 | 4,5 | 13,1 | 4,68 | 70,1 | 37,4 | 14,3 |
| 10 | 35,7 | 79,9 | 9,6 | 21,2 | 7,75 | 72,7 | 36,0 | 17,2 |
| 20 | 35,9 | 87,6 | 19,2 | 31,6 | 12,48 | 75,4 | 34,7 | 20,5 |
| 25 | 36,0 | 91,6 | 27,9 | 37,9 | 15,0 | 76,9 | 34,2 | 22,3 |
| 30 | 36,1 | 96,1 | 40,8 | 46,0 | 18,2 | 78,1 | 33,8 | 24,4 |
| 32,28 | - | - | 49,82 | - | - | - | - | - |
| 40 | 36,4 | 104,9 | 48,4 | 63,9 | 25,9 | 81,2 | 33,2 | 28,7 |
| 50 | 36,8 | 114,1 | 46,6 | 85,5 | - | 84,3 | - | 33,7 |
| 60 | 37,2 | 124,7 | 45,3 | 110,1 | 45,56 | 87,0 | 32,3 | 39,5 |
| 70 | 37,5 | - | 44,1 | 137,5 | - | 90,6 | - | - |
| 80 | 38,1 | 149,0 | 43,3 | 168,8 | 73,01 | 94,1 | 33,5 | 55,5 |
| 85 | - | - | - | - | - | - | 32,9 | - |
| 90 | 38,7 | - | 42,7 | 204,9 | - | 97,8 | 31,1 | 76,73 |
| 100 | 39,4 | 176,0 | 42,3 | 243,6 | 100,0 | 102,0 | 29,7 | 77,0 |

1 – В пересчете на безводную соль.

2 – Твердая фаза.

3 – При температуре 96 °С.