

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

**УТВЕРЖДАЮ**  
и.о. директора Института  
перспективной инженерии  
канд. техн. наук, доцент  
Порохня А.А.

**ОСНОВЫ ТЕХНОЛОГИИ ОСОБО ЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ**

**Методические указания по выполнению лабораторных работ**

Направление подготовки 28.03.02 Наноинженерия  
Направленность (профиль)  
«Нанотехнологии и наноматериалы»

# Лабораторная работа № 1 "Техника безопасности в химической лаборатории"

## 1.1. Подготовка к проведению эксперимента

Работа в химической лаборатории связана с повышенной опасностью и требует основательной предварительной подготовки. Для успешного и безопасного выполнения лабораторных работ по неорганической химии студент должен *заранее* детально изучить описания опытов и синтезов по руководству к практическим занятиям, ознакомиться по учебникам и справочным пособиям со свойствами всех веществ, используемых в работе. При подготовке к выполнению практикума студент приводит в лабораторном журнале все необходимые расчеты, уравнения реакций и краткий план работы. Выполнение лабораторной работы можно начинать только с разрешения преподавателя.

## 1.2. Рабочее место студента

Занятия практикума проводятся в химической лаборатории, оборудованной вытяжными шкафами и лабораторными столами. Большая часть лабораторных работ, за редким исключением, выполняется студентом самостоятельно. Каждому студенту в лаборатории отводится постоянное рабочее место и место для хранения индивидуального набора посуды, которые он обязан содержать в чистоте и порядке. Во время работы нельзя загромождать стол ненужными в данный момент вещами (посудой, реактивами и книгами).

Если при выполнении лабораторной работы студенту необходимо собрать установку из деталей, отсутствующих в индивидуальном наборе посуды, то недостающие детали выдает лаборант. Перед началом сборки установки необходимо согласовать с преподавателем ее схему и место ее расположения (на лабораторном столе или в вытяжном шкафу), чтобы исключить, например, возможность получения в одном вытяжном шкафу веществ, условия синтеза которых запрещены правилами техники безопасности.

Необходимая для повседневной работы посуда и оборудование (штативы, лапки и муфты для их крепления, пробиркодержатели, шпатели, фильтровальная бумага и т. д.) находятся в лаборатории в специально отведенных местах.

По окончании лабораторной работы рабочее место необходимо привести в порядок: разобрать установку на исходные детали с применением мер безопасности, тщательно вымыть всю используемую посуду, убрать на место

приборы и оборудование и т. д. Перед уходом из лаборатории необходимо сдать свое рабочее место дежурному, который в случае необходимости приводит в порядок все рабочие места (лабораторные столы, раковины и вытяжные шкафы). В конце занятия дежурный сдает комнату лаборанту.

### **1.3. Техника безопасности при работе в лаборатории**

Обычно характер мер предосторожности, обеспечивающих безопасность выполнения эксперимента, зависит от вида работы. Однако существуют правила, выполнение которых обязательно для каждого работающего в лаборатории. Эти правила необходимо выполнять не только в целях личной безопасности работающего, но и для обеспечения безопасности товарищей по работе.

#### *Общие правила организации эксперимента и средства защиты*

- Студент в лаборатории должен находиться только в халате (желательно хлопчатобумажном). Запрещено приходить в лабораторию в верхней одежде (куртках, пальто и т. д.), ее необходимо сдать в гардероб.
- Нельзя загромождать сумками лабораторные столы и проходы между ними. Сумки необходимо оставлять в специально отведенном месте.
- Категорически запрещается прием пищи и напитков в лаборатории.
- Запрещается самостоятельно проводить любые опыты, не предусмотренные работой. Нельзя выносить из лаборатории и вносить в нее любые вещества без разрешения преподавателя.
- При проведении синтеза нельзя оставлять установку без присмотра.
- При получении травм, а также при плохом самочувствии необходимо незамедлительно сообщить об этом преподавателю или лаборанту.
- После окончания работы в лаборатории необходимо вымыть руки с мылом.

#### *Общие правила работы с химическими веществами*

- Во избежание ошибок следует внимательно читать надписи на этикетках используемых реактивов.
- Категорически запрещается пробовать какие-либо вещества на вкус. При необходимости идентифицировать вещество по запаху следует легким движением руки направить поток воздуха от отверстия сосуда к себе и осторожно понюхать, не вдыхая полной грудью.
- Запрещено высыпать или выливать неизрасходованные реактивы обратно в банку, из которой вещество было взято.
- Опасные вещества (концентрированные кислоты, соединения хрома, ртути и т. д.), а также продукты реакций с участием этих веществ необходимо сливать в соответствующие банки в вытяжном шкафу.

- Все работы с ядовитыми, едкими и пахучими веществами, а также упаривание кислот и кислых растворов производить только в вытяжном шкафу.
- При работе с едкими веществами (растворами и твердыми щелочами, концентрированными растворами кислот, оксидом фосфора(V), хромовой смесью и т. д.) необходимо использовать защитные очки и перчатки.
- Твердые реактивы необходимо брать шпателем, ложкой или пинцетом.
- При отборе жидкостей пипетками необходимо пользоваться специальными дозаторами или резиновыми грушами.
- При приготовлении разбавленных растворов следует приливать концентрированные растворы (особенно концентрированную серную кислоту) в воду, а не наоборот. Такое разбавление нельзя производить в толстостенном стеклянном сосуде (в том числе и в мерном цилиндре), а только в посуде из тонкостенного термостойкого стекла или в фарфоровой посуде.
- При нагревании вещества в пробирке ее следует закреплять в пробиркодержателе и держать наклонно отверстием в сторону от себя и от работающих рядом людей. При нагревании жидкостей в пробирке во избежание бурного вскипания рекомендуется пробирку осторожно нагревать на спиртовке сверху вниз.

#### *Работа с легковоспламеняющимися жидкостями и горючими веществами*

- Легковоспламеняющиеся жидкости (ЛВЖ) хранятся в специальных железных сейфах. Их пары даже при комнатной температуре способны образовывать с воздухом пожаро- и взрывоопасные смеси с температурой вспышки ниже 50 °С (диэтиловый эфир, этанол, ацетон, гептан и др.).
- Работу с ЛВЖ и горючими газами (например, с водородом) необходимо проводить в вытяжных шкафах вдали от открытого огня и приборов с открытым нагревательным элементом.
- При проведении процессов, связанных с нагреванием ЛВЖ (перегонка, перекристаллизация, реакции в кипящих органических растворителях) необходимо использовать стеклянные приборы с эффективными водяными обратными холодильниками, позволяющими конденсировать пары органического растворителя и тем самым предотвращать возможность возгорания его паров на воздухе.
- При воспламенении эфира, спирта или других растворителей необходимо воспрепятствовать доступу воздуха в сосуд (прикрыть сосуд несгораемой тканью), а затем предупредить всех работающих в лаборатории об опасности и отключить подачу электроэнергии на щитке, расположенном в коридоре (для предотвращения возникновения искрового разряда).

### *Работа с ртутью и ее соединениями*

- Все опыты с ртутьсодержащими препаратами необходимо проводить в перчатках в специально отведенном месте вытяжного шкафа на специальном поддоне.
- Остатки исходных реактивов, продуктов реакции и растворы после проведения демеркуризации посуды и поддона необходимо собирать в специально отведенные емкости.
- После окончания работы нужно вымыть руки с мылом – сначала в перчатках, а затем без перчаток.

### *Работа с вакуумными системами*

- Любые работы с использованием вакуума следует обязательно проводить в защитных очках или маске из оргстекла.
- При работе с вакуумом необходимо использовать только круглодонные колбы или специальную посуду из толстостенного стекла.
- Вакуум-эксикатор и колба Бунзена как части вакуумной установки, представляющие наибольшую опасность при взрыве, перед работой следует поместить в специальные сетчатые или матерчатые чехлы.

## **1.4. Оказание первой медицинской помощи в лаборатории**

### *Термический ожог*

При слабом термическом ожоге кожи (I степень – жжение и покраснение) на небольшой площади нужно быстро охладить обожженный участок руки, например, под струей холодной воды, а затем промокнуть сухой тканью (или фильтровальной бумагой) и смазать участок мазью от ожога.

При большой площади ожога или при большей степени тяжести полученной травмы (появление волдырей) необходимо обнажить поверхность обожженного участка кожи и закрыть его стерильной повязкой, не очищая его от остатков одежды и не повреждая пузырей. В этом случае следует немедленно вызвать врача.

Для снятия боли, которая при ожогах является одним из факторов, ухудшающих состояние пострадавшего, можно использовать сухой холод (лед, снег, холодная вода в резиновом пузыре или в полиэтиленовом мешочке, наложенные поверх повязки). Охлаждение уменьшает отек и воспалительные процессы в обожженных тканях.

### *Химический ожог*

При химическом ожоге кожи необходимо промыть обожженный участок струей холодной воды. При попадании на кожу *щелочей* промывать

струей воды нужно до тех пор, пока кожа перестанет быть «мылкой» на ощупь, а затем обработать 3 %-ым раствором борной или уксусной кислот.

При ожогах кожи *кислотами* после промывания водой рекомендуется обработать пораженный участок 3 %-ым раствором гидрокарбоната натрия (питьевой соды). В случае попадания на кожу концентрированной серной кислоты или оксида фосфора(V) нужно сначала быстро удалить их с помощью хлопчатобумажной ткани, а затем провести стандартную обработку, рекомендуемую при ожогах кислотами.

При ожогах горящим *фосфором* место ожога обрабатывают 2–5 %-ым раствором сульфата меди (медного купороса), удаляют пинцетом остатки фосфора и снова накладывают на обожженное место примочку раствора сульфата меди. После этого накладывают марлевую повязку.

При попадании на кожу жидкого *брома* необходимо быстро промокнуть капли брома сухой тканью, а затем обработать 3 %-ым раствором тиосульфата натрия или питьевой соды.

При попадании химических реактивов *в глаз* необходимо многократно промыть его струей воды комнатной температуры. После этого следует прикрыть глаз стерильным бинтом и обратиться к врачу. *Нельзя применять для глаз какие-либо нейтрализующие жидкости!*

При попадании кислот или щелочей *внутрь организма* необходимо выпить большое количество воды. Затем при попадании кислоты выпить раствор питьевой соды, при попадании щелочи – раствор уксусной кислоты.

#### *Отравление газами или ядовитыми парами*

При отравлении газами или ядовитыми парами через дыхательные пути пострадавшего следует, прежде всего, вывести на свежий воздух (в холодное время года – в теплое проветренное помещение) и немедленно вызвать врача.

Необходимо обеспечить пострадавшему полный покой (удобно усадить или уложить), предохранять от переохлаждения. Не оставлять пострадавшего без присмотра до прихода врача.

При попадании внутрь галогеноводородов, оксида серы(IV) или оксидов азота улучшить состояние пострадавшего может прием горячего чая. В случае поражения раздражающими газами или парами противопоказано глубокое дыхание, т. е. искусственное дыхание возможно только при необходимости и без сдавливания грудной клетки.

#### *Порезы*

При небольших порезах руки стеклом нужно промыть рану струей воды, предварительно удалив осколки стекла (удостовериться, что стекло пол-

ностью извлечено из ранки, можно легким прикосновением пальцем рядом с местом пореза – по отсутствию «колющей» боли). Затем нужно обработать края ранки антисептиком (3 %-ым раствором пероксида водорода, стандартным раствором бриллиантового зеленого или настойкой йода), закрыть стерильным пластырем или бинтом.

При больших повреждениях или тяжелых ранениях необходимо остановить кровотечение наложением кровоостанавливающего жгута на артерию (выше области повреждения, что будет видно по остановке кровотечения). *Обязательно поместить под жгут записку с указанием времени наложения жгута!* В зимнее время года можно не снимать жгут в течение 1 ч, а в теплое время года – не более 1,5–2 ч, иначе может наступить необратимое омертвление обескровленной конечности. Тотчас вызвать врача.

#### *Поражение электрическим током*

При воздействии электрического тока может возникнуть термическое и механическое поражение тканей. Прежде всего, необходимо прекратить воздействие тока – выключить рубильник, повернуть выключатель. При освобождении пострадавшего от напряжения ни в коем случае нельзя прикасаться к нему голыми руками. Необходимо надеть резиновые перчатки или обмотать руку сухой тканью, встать на резиновый коврик.

### **1.5. Оформление лабораторного журнала**

При работе в лаборатории необходимо вести журнал, в котором полностью отражается подготовительная и экспериментальная работа студента.

При оформлении работы необходимо занести в журнал *тему лабораторной работы и дату ее выполнения*. Обычно оформление лабораторной работы состоит из двух основных частей: план работы и отчет о выполненной работе. Первая часть оформляется дома при подготовке к лабораторной работе и, как правило, должна содержать:

- план работы – перечень последовательных операций с указанием условий проведения опытов и количеств реагирующих веществ;
- уравнения всех химических реакций с указанием условий их проведения;
- если речь идет о выполнении синтеза – расчеты исходных количеств веществ и теоретического выхода, а также физико-химические свойства исходных и синтезируемых веществ (агрегатное состояние, цвет, плотность, растворимость, температура плавления и/или кипения и др.).

В первой части может быть также приведена общая схема установки. Этот раздел необходимо показать преподавателю *до начала эксперимента*.

*Не следует переписывать методику синтеза и вопросы, которые приведены в пособии.*

Во второй части лабораторной работы приводится отчет о проведенной работе. В нем должны содержаться следующие сведения:

- результаты взвешивания или измерения объема реагентов;
- краткое описание последовательных операций и наблюдаемых явлений (изменение цвета, выделение газа или осадка), реальные режимы синтеза (температура, скорость прибавления реагентов или пропускания газа и т. д.);
- в случае проведения синтеза – условия выделения продукта в чистом виде, количество полученного соединения и его выход (в граммах и процентах от теоретического выхода);
- результаты изучения некоторых свойств полученного продукта (уравнения реакций, наблюдаемые эффекты, в отдельных случаях – информация о форме кристаллов, чистоте полученного вещества по результатам определения его температуры плавления или кипения, а также по данным спектроскопии);
- краткие ответы на вопросы, задания и выводы по проделанной работе (в случае работы по синтезу веществ желательно указать возможные причины неудачного проведения отдельных операций или условия, которые привели бы к повышению выхода и чистоты продукта).

Следует отметить, что приведенное в рабочем журнале описание проделанной работы, несмотря на его краткость, должно позволить любому химику понять смысл всех операций и успешно ее воспроизвести.

## **1.6. Химическая посуда**

При выполнении практикума чаще всего используется стеклянная и фарфоровая (керамическая) химическая посуда разного назначения.

### **1.6.1. Стеклянная химическая посуда**

Химическая посуда тонко- и толстостенная изготавливается из специального стекла разных марок. Нагревать можно только термостойкую тонкостенную посуду. В этом случае на изделия ставят специальное матовое клеймо (например: ●, ■ или ◆). На рис. 1 представлена посуда, наиболее часто используемая для проведения экспериментов по неорганической химии; большая часть этой посуды изготовлена из тонкого стекла.

*Пробирки химические 1* обычно используют для проведения в них качественных реакций.



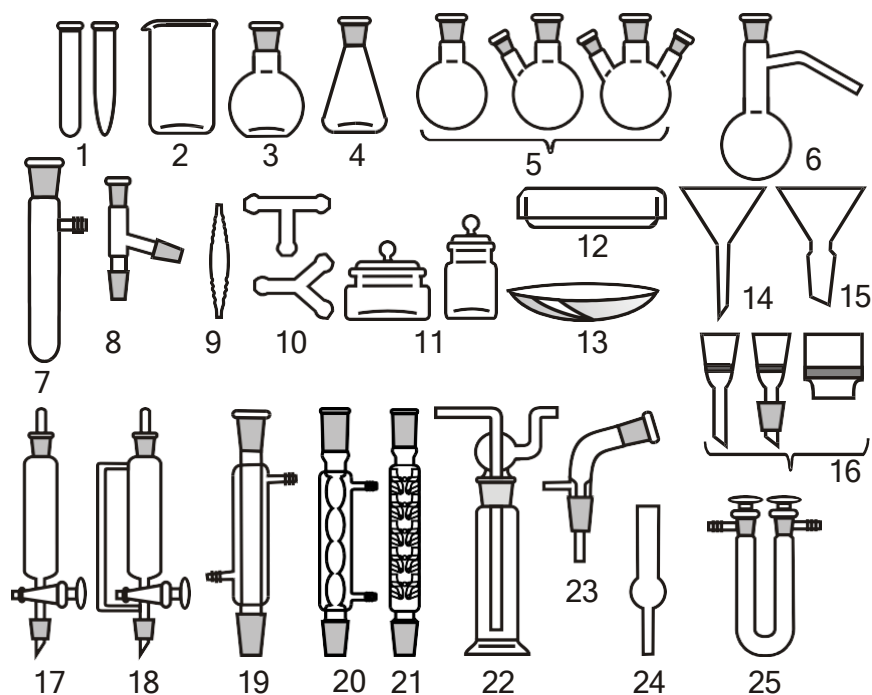


Рис. 1. Стекло́нная химическая посуда

- 1 – пробирки; 2 – стакан; 3 – плоскодонная колба; 4 – коническая колба;  
 5 – круглодонные колбы; 6 – колба Вюрца; 7 – пробирка Вюрца; 8 – насадка Вюрца;  
 9 – переходник; 10 – тройники; 11 – бюксы; 12 – чашка Петри;  
 13 – часовое стекло; 14 – воронка; 15 – воронка для сыпучих веществ;  
 16 – воронки со стеклянным фильтрующим дном; 17 – капельная воронка;  
 18 – капельная воронка с противодавлением; 19 – прямой холодильник;  
 20 – обратный холодильник; 21 – дефлегматор; 22 – склянка Дрекселя;  
 23 – аллонж; 24 – хлоркальциевая трубка; 25 – U-образная трубка

*Стакан химический 2* используют для проведения химических реакций, для приготовления растворов и т. д.

*Плоскодонная колба 3* применяется для приготовления растворов ориентировочной концентрации и их последующего хранения.

*Коническая колба (колба Эрленмейера, 4)* используется в качестве составной части прибора для проведения различных синтезов, перегонке при атмосферном давлении, а также при титровании растворов.

*Круглодонные колбы 5* также используются в качестве составных частей приборов для проведения различных синтезов и перегонке при пониженном давлении. Эти колбы могут изготавливаться одно-, дву-, трехгорлыми.

*Колба Вюрца 6* чаще всего используется в качестве реакционной колбы с одновременным отводом газообразных продуктов реакции.

*Пробирка Вюрца 7* обычно используется для фильтрации небольших объемов реакционных смесей при пониженном давлении.

*Насадка Вюрца 8* применяется в установках по перегонке в качестве соединительного элемента между перегонной колбой и прямым холодильником.

*Переходники 9 и тройники 10* служат для соединения шлангов.

*Бюксы 11* применяются для взвешивания и хранения небольших количеств веществ (в особенности, если вещества неустойчивы на воздухе).

*Чашка Петри 12* может быть использована для высушивания на воздухе или в эксикаторе веществ и бумажных фильтров с осадками, а также для хранения устойчивых на воздухе синтезированных соединений.

*Часовые стекла 13* универсальны. Ими накрывают химические стаканы при проведении синтезов, на них помещают полученное при синтезе вещество для высушивания на воздухе, используют в качестве тары при взвешивании небольших количеств неагрессивных веществ.

*Воронка химическая 14* предназначена для переливания жидкостей. Разновидность таких воронок с широким горлом *15* применяют для загрузки сыпучих веществ.

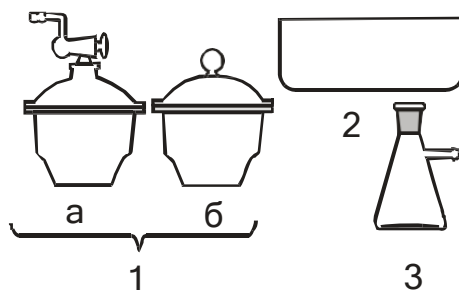
*Воронки со стеклянным фильтрующим дном (фильтры Шотта, 16)* предназначены для отделения осадков фильтрованием при пониженном давлении. Для краткости их еще называют «стеклянным пористым фильтром» или просто «стеклофильтром».

*Капельная воронка 17* служит для дозируемой по каплям подачи жидких реагентов в реакционную смесь.

*Капельная воронка с противодавлением 18* используется для дозированной подачи жидкости в реакционную смесь в случаях выделения газов или работе в инертной атмосфере. Выравнивание давлений в приборе с такой воронкой осуществляется с помощью боковой стеклянной трубки, соединяющей колбу с воронкой. Такую воронку сверху необходимо закрывать пробкой.

*Прямой холодильник (холодильник Либиха, 19)* с трубкой внутри охлаждаемой водой «рубашки» применяется для конденсации паров жидкости при перегонке.

*Обратный холодильник 20* с «шариками» внутри охлаждаемой водой «рубашки» применяется для длительного кипячения жидкостей при проведении синтезов: пары жидкости конденсируются в таком холодильнике и стекают обратно в реакционную колбу. Бывают обратные холодильники другой



*Рис. 2. Толстостенные стеклянные изделия  
1 – эксикаторы: а – вакуумный, б – обычный;  
2 – кристаллизатор; 3 – колба Бунзена*

конструкции, в которых, например, внутри «рубашки» вместо «шариков» расположены спиралевидные трубки.

*Дефлегматор 21* используется в качестве насадки при фракционной перегонке смеси жидкостей.

*Склянка Дрекселя 22* чаще всего используется для осушки и очистки от примесей газообразных веществ с помощью жидких реагентов. Эта склянка может быть использована в качестве счетчика пузырьков, а также в качестве предохранительной склянки, предотвращающей возможность обратного «переброса» жидкости в реакционный сосуд.

*Аллонж 23* применяется для соединения прямого холодильника с колбой-приемником при перегонке жидкостей.

*Хлоркальциевая трубка 24* служит для изоляции реакционной смеси от воздействия атмосферы воздуха и заполняется твердым поглотителем.

*U-образная трубка 25* используется для осушки газов с помощью твердого реагента, а также для конденсации легко сжижаемых газов при охлаждении и атмосферном давлении.

В лабораторной практике также используется толстостенная стеклянная посуда (рис. 2), которая не предназначена для нагревания.

*Эксикаторы 1* предназначены для высушивания твердых веществ с помощью различных осушающих реагентов при комнатной температуре в вакууме (*а*) или при атмосферном давлении (*б*).

*Кристаллизатор 2* применяют для охлаждения растворов и при сборе газов под водой.

*Колба Бунзена 3* служит в качестве приемной колбы для фильтрата при фильтровании реакционных смесей под пониженным давлением.

### 1.6.2. Мерная посуда

Для измерения объема жидкости и для приготовления растворов заданной концентрации используется мерная посуда различного назначения (рис. 3). Мерная посуда откалибрована для 20 °С и *ее нельзя нагревать*.

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

*Бюретка со стеклянным краном 2 или с шариком 3* позволяет дозировать строго заданное количество жидкости с высокой точностью (0,1–0,05 мл), используется при проведении титрования.

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

*Мерная пипетка (пипетка Мора, 5)* предназначена для отбора строго заданного объема жидкости (обычно 10–25 мл). Имеет кольцевую метку, по которой отмеряют заданный объем.

*Мерная колба 6* используется для приготовления растворов точной кон-

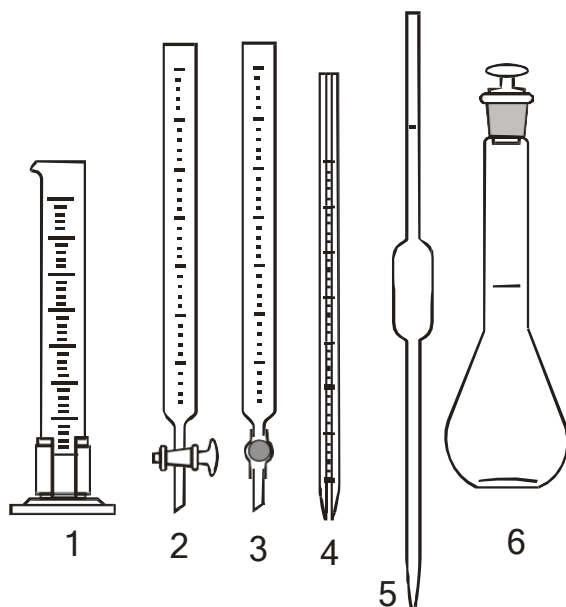


Рис. 3. Мерная посуда

1 – мерный цилиндр; 2 – бюретка с краном; 3 – бюретка с шариком;  
4 – пипетка градуированная; 5 – пипетка Мора; 6 – мерная колба

центрации. Имеет кольцевую метку, до которой доводят объем растворителя.

### 1.6.3. Фарфоровая (керамическая) посуда

В химической лаборатории используется также керамическая посуда (рис. 4) ввиду ее относительно высокой механической прочности, термической устойчивости и низкой химической активности.

*Кружки 1 и стаканы 2* применяются для приготовления и хранения моющих средств (соды, стирального порошка, хромовой смеси).

*Ступка с пестиком 3* служит для растирания твердых веществ. Ступка изготовлена из толстостенного фарфора (в отличие от тиглей и выпарительных чашек) и *не предназначена для нагревания!*

*Тигли 4* применяются для прокаливания веществ. Они могут использоваться как с крышкой, так и без нее.

*Выпарительную чашку 5* применяют для упаривания растворов на водяной и песчаной банях или под ИК-излучателем.

*Воронка Бюхнера 6* используется для фильтрования через бумажный фильтр при пониженном давлении.

*Лодочки 7* используются для проведения синтезов в электропечах.

*Ложка 8 и шпатель 9* служат для отбора порций твердых реактивов.

*Треугольник 10* необходим для установки тиглей на кольцо штатива.

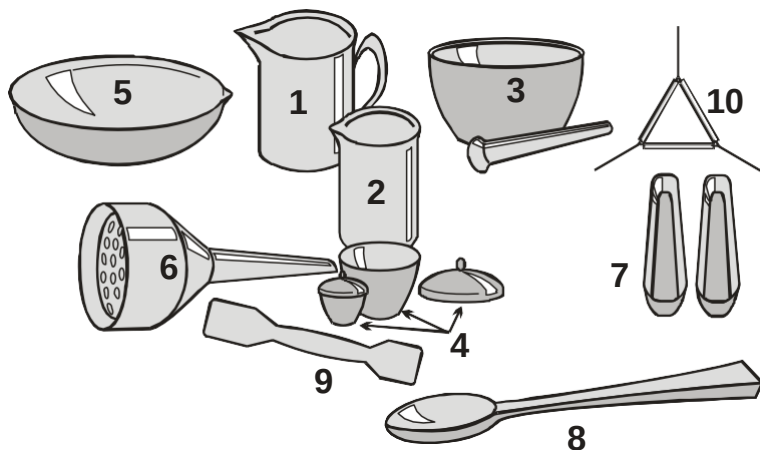


Рис. 4. Фарфоровая посуда

1 – кружка; 2 – стакан; 3 – ступка с пестиком; 4 – тигли с крышками;

5 – выпарительная чашка; 6 – воронка Бюхнера; 7 – лодочки;

8 – ложка; 9 – шпатель; 10 – треугольник

## 1.7. Правила сборки установок

При выполнении работ практикума часто приходится использовать сложные установки, включающие несколько составных частей. При сборке таких установок необходимо соблюдать следующие основные правила, позволяющие безопасно проводить эксперимент.

- Размер посуды следует выбирать в соответствии с количествами используемых реагентов и объемом выделяющихся в реакции газов.
- Нельзя полностью закрывать пробками реакционные сосуды, создавая замкнутые системы. В конструкции установки должно быть предусмотрено свободное сообщение с атмосферой, например, через хлоркальциевую трубку. Конструкция установки должна исключать возможность закупоривания подвода или отвода газов продуктами реакции.
- Установка должна занимать минимум рабочего места на лабораторном столе или в вытяжном шкафу. Не нужно стремиться выстроить части установки в одну линию.
- При сборке установки следует обратить внимание на герметичность соединений деталей в ней. Для соединения частей установки необходимо использовать плотно облегающие шланги минимальной длины. Не допускается соединять шланги «один в другой», без стеклянной трубки-переходника.
- Для контроля за скоростью тока газа можно использовать склянки Дрекселя с осушающей или инертной жидкостью. Чтобы содержимое склянки Дрекселя не попало в реакционный сосуд при изменении давления в установке, между ними рекомендуется поставить «предохранительную» пустую склянку Дрекселя.
- Для крепления частей установки в химической лаборатории используют штативы с набором крепежных элементов.

Штатив (рис. 5) представляет собой стальной стержень 1, укрепленный на тяжелом металлическом основании 2.

Кольца 3 чаще всего используются в качестве держателей химических воронок или фарфоровых треугольников для тиглей.

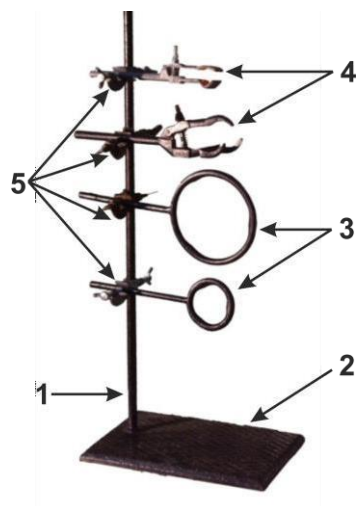


Рис. 5. Штатив с набором крепежных элементов

1 – стержень; 2 – основание;  
3 – кольца; 4 – лапки; 5 – муфты

Лапки 4 служат для закрепления колб, холодильников, бюреток и т. д. Раздвижная часть лапки состоит из неподвижной и подвижной части, фиксируемой винтом. При горизонтальном креплении деталей установки лапку необходимо устанавливать неподвижной частью вниз. Стеклянные элементы установки необходимо крепить в лапках, используя мягкие прокладки из фетра или резины. При фиксации стеклянной посуды в лапке нельзя сильно затягивать винт, поскольку это может привести к разрушению стекла.

Для крепления лапок и колец на штативе используют муфты 5. При креплении лапки (или кольца) муфту устанавливают вырезом вверх, в этот вырез сверху вставляют лапку (или кольцо) и зажимают винтом.

При креплении детали в лапке штатива, а особенно при ее стыковке с другими частями прибора во избежание перекосов и поломки стеклянных элементов установки необходимо ослаблять только один из трех винтов («муфта-штатив», «лапка-муфта» или «закрепляемая деталь-лапка»), остальные винты должны быть надежно зафиксированы.

## **1.8. Химические реактивы**

При работе в химической лаборатории студенту приходится иметь дело с достаточно большим количеством различных химических реактивов, а также их растворов. Для каждой лабораторной работы в соответствии с планом занятий лаборантом выставляется определенный набор реактивов, необходимых для проведения опытов.

Для квалификации химических реактивов по возрастанию степени их чистоты используются следующие обозначения (в скобках приведены принятые сокращения): технические (техн.), чистые (ч.), чистые для анализа (ч. д. а), химически чистые (х. ч.), особо чистые (ос. ч.).

Реактивы марки «ч.» и «ч. д. а.» используются при проведении большинства «пробирочных» опытов и синтезов в практикуме. Для приготовления охлаждающих смесей или мытья посуды рекомендуется брать наиболее дешевые реактивы марки «техн.».

При выполнении практикума студенту необходимо соблюдать следующие общие правила работы с реактивами.

- Для отбора твердых веществ из реактивной склянки необходимо использовать чистые стеклянные или стальные шпатели. Нужно также следить за тем, чтобы в отбираемый реактив не попадали кусочки парафина, которым иногда специально покрывают крышки склянки для защиты вещества от углекислого газа или паров воды.

- Для взвешивания сыпучих веществ (иногда следует предварительно их измельчить, растерев в ступке) препараты помещают на лист кальки, часовое стекло, в бюкс или небольшой стаканчик.
- Для загрузки в реакционную колбу сыпучих веществ используют специальные воронки с широким горлом.
- Жидкости переливают с помощью химических воронок, конец которых опускают в реакционный сосуд (для предотвращения разбрызгивания жидкости). При этом исходный сосуд с жидкостью необходимо держать этикеткой «вверх» во избежание порчи этикетки и одновременного загрязнения реактива.
- Пробки и крышки сосудов с реактивами при их открывании для отбора пробы необходимо класть на рабочую поверхность в перевернутом виде.
- Шпатели, стеклянные палочки и пипетки, которые соприкасались с реактивами необходимо помещать на лист фильтровальной бумаги.
- При проведении качественных опытов сухое вещество берут в количестве, едва закрывающем дно пробирки, а раствор – около 1 мл (~1 см по высоте пробирки).

## 1.9. Взвешивание

Одна из наиболее часто используемых операций в практикуме – взвешивание, для чего в лаборатории используются электронные весы (рис. 6). Детальная инструкция по взвешиванию приведена в приложении 1, с. 121. Ниже рассмотрены общие правила, которые необходимо соблюдать.

### *Взвешивание неагрессивных веществ*

При взвешивании вещества никогда не помещают на чашку весов, а используют кусочек кальки или специальную тару. В качестве тары используют пластиковые лодочки для взвешивания, бюксы или часовые стекла. Не допускается взвешивание нагретых или горячих предметов и веществ!

### *Взвешивание агрессивных веществ*

Агрессивные вещества взвешивают только в закрытых бюксах. Ампулы, пробирки и приемники, содержащие вещества, вначале помещают в стакан, а затем взвешивают.



Рис. 6. Лабораторные весы Ohaus Adventurer RV 313



### *Взятие навесок сыпучих веществ*

Тару для взвешивания помещают на чашку весов, записывают ее массу и обнуляют показания весов нажатием соответствующей клавиши. Снимают тару с чашки весов, ставят на чистый лист бумаги, переносят в нее взвешиваемое вещество и снова помещают на чашу весов. Если масса вещества не соответствует заданной, то тару с веществом снимают с чашки весов и добавляют (или отбирают) необходимое количество вещества.

При взвешивании запрещается вносить вещество в тару, стоящую на чашке весов, так как вещество может попасть на весы и загрязнить их. Если загрязнение все же произошло, необходимо немедленно выключить весы, протереть их сначала влажной тряпкой, а затем насухо фильтровальной бумагой и лишь после этого повторить взвешивание.

## **1.10. Нагревание и охлаждение**

Многие реакции при разных температурных условиях могут приводить к различным продуктам. Для нагревания или охлаждения в лабораторной практике используются приборы и приемы, с наиболее важными из которых вам предстоит ознакомиться в этом разделе.

### **1.10.1. Нагревание**

Для нагревания в лаборатории используются различные приборы в зависимости от типа нагреваемой посуды (пробирки, конические, плоскодонные или круглодонные колбы, выпарительные чашки, тигли, лодочки и т. д.), а также от температуры нагревания. На рис. 7 приведены наиболее часто используемые в нашем практикуме нагревательные приборы.

*Спиртовка 1* обычно используется для нагревания веществ в пробирках. Зажигать спиртовку можно только с помощью горячей спички или лучинки (не от другой спиртовки!). Для того чтобы погасить спиртовку, необходимо накрыть пламя фитиля колпачком (колпачок должен всегда находиться под рукой!). Для наиболее эффективного обогрева нагреваемые объекты следует помещать в верхнюю высокотемпературную часть пламени.

При нагревании пробирки необходимо закрепить ее в пробиркодержателе или лапке штатива. Пробирка должна быть слегка наклонена и направлена в сторону от присутствующих при эксперименте. Прогревание жидкости в пробирке пламенем спиртовки ведется по направлению сверху вниз во избежание перегрева ее нижнего слоя и последующего выброса жидкости из нее.



Рис. 7. Лабораторные нагревательные приборы

1 – спиртовка; 2 – электроплитка; 3 – колбонагреватель; 4 – водяная баня; 5 – песчаная баня; 6 – сушильный шкаф; 7 – муфельная печь; 8 – трубчатая печь

*Электроплитка 2* с закрытой спиралью – наиболее часто используемый нагревательный прибор в лаборатории практикума. Она может быть использована для нагревания растворов в стаканах, плоскодонных и конических колбах, тиглей при прокаливании веществ и т. д.

*Колбонагреватель 3* применяют для нагревания жидкостей в круглодонных колбах. Нагревание жидкости происходит в углублении колбонагревателя вдоль искривленной поверхности колбы.

При нагревании раствора в круглодонной колбе ее необходимо закрепить в лапке штатива. Для удобства эксплуатации в корпусе колбонагревателя часто предусматривается гнездо для установки стержня штатива. Во избежание локального перегрева жидкости у стенок колбы в раствор вносят «кипелки» – кусочки керамики или капилляры, запаянные с одного конца.

*Водяная баня 4* представляет собой металлический сосуд, закрытый рядом колец разного диаметра, в который наливают воду (не более 2/3 объема) и нагревают его на электроплитке. Такие бани чаще всего применяются для упаривания растворов. Чашка с упариваемым раствором не касается поверхности воды и обогревается водяным паром. Если водяную баню используют

для подогрева реакционных смесей, нагреваемый сосуд можно частично погрузить в горячую воду.

*Песчаную баню 5* применяют для нагревания веществ до 200–300 °С и упаривания высококипящих растворов. Она представляет собой металлический сосуд с прокаленным песком, обогреваемым с помощью электроплитки.

*Сушильный шкаф 6* с регулятором температуры используют для высушивания посуды (но не мерной!), а также веществ, устойчивых на воздухе и не разлагающихся при нагревании.

*Муфельную печь 7* с терморегулятором используют для нагревания или прокаливания веществ при высокой температуре (более 500 °С). Твердое вещество помещают в керамический тигель, который с помощью тигельных щипцов осторожно вносят в муфельную печь и нагревают до соответствующей температуры.

*Трубчатую печь 8* применяют для проведения реакций в токе газа при высокой температуре. Твердое вещество в фарфоровой, кварцевой или металлической лодочке вносят в кварцевую трубку, помещенную в трубчатую электрическую печь, и нагревают до соответствующей температуры.

### 1.10.2. Охлаждение

Для проведения химических реакций при температуре ниже комнатной используются охлаждающие смеси. Составы различных охлаждающих смесей приведены в табл. 1.

Для приготовления наиболее часто используемой в лабораторной практике охлаждающей смеси на основе льда и хлорида натрия поступают следующим образом. Крупные куски льда предварительно измельчают в холщовом мешочке или полотенце с помощью деревянного молотка. Измельченный лед помещают в кристаллизатор и добавляют мелкокристаллический хлорид натрия в расчете 35 г соли (около двух столовых ложек) на 100 г льда (примерно один стакан). Приготовленную смесь тщательно перемешивают с помощью большого шпателя или фарфоровой ложки. Для поддержания постоянной температуры в реакционной смеси охлаждающую смесь следует периодически перемешивать.

Для достижения температур ниже –50 °С можно использовать смеси жидкого азота или твердого углекислого газа («сухого льда») с органическими растворителями. Так, например, при смешении жидкого азота с диэтиловым эфиром достигается температура –100 °С.

Таблица 1

Охлаждающие смеси с использованием льда

| Соль                                 | $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | $\text{NH}_4\text{Cl}$ | $\text{NH}_4\text{NO}_3$ | $\text{NaCl}$ | $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ |
|--------------------------------------|-------------------------------------------|------------------------|--------------------------|---------------|-------------------------------------------|
| Количество соли (г)<br>на 100 г льда | 41                                        | 25                     | 45                       | 33            | 143                                       |
| Минимальная температура, °C          | –9                                        | –15                    | –17                      | –21           | –40                                       |

### 1.11. Упаривание растворов

Упаривание растворов – операция удаления растворителя путем испарения с целью повышения концентрации раствора или выделения вещества, содержащегося в нем. Скорость испарения жидкости зависит от ряда факторов: температуры, давления, площади поверхности испарения.

Упаривание раствора можно проводить при атмосферном давлении на водяной бане. Выпарительная чашка с раствором помещается на водяную баню таким образом, чтобы дно чашки не касалось поверхности воды и обогревалось только водяным паром.

Упаривать растворы при атмосферном давлении можно также с помощью специальной инфракрасной лампы, которая покрыта составом, задерживающим ультрафиолетовую часть излучения. Для этого выпарительная чашка с раствором помещается на небольшом расстоянии от поверхности лампы и выдерживается до испарения необходимого объема растворителя.

Для ускорения упаривания растворов можно использовать также ротационный испаритель (рис. 8), который позволяет проводить эту операцию при пониженном давлении, повышенной температуре и вращении колбы с раствором для увеличения поверхности испарения.



Рис. 8. Ротационный испаритель IKA basic RV 5

### 1.12. Перемешивание

Кроме перемешивания вручную (встряхивания или перемешивания с помощью стеклянной палочки), в препаративной химии используются *механические (верхнеприводные)* и *магнитные мешалки* (рис. 9) с регулируемой скоростью вращения.

Перемешивание с помощью механической мешалки обеспечивается за счет вращения металлической или стеклянной мешалки электромотором, располагающимся сверху реакционного сосуда. Работу мешалки проверяют, постепенно увеличивая скорость вращения электромотора.

Перемешивание реакционной смеси с помощью магнитной мешалки обеспечивается вращением «якорька» (сердечника – небольшого стального стерженька в стеклянной, полиэтиленовой или тефлоновой оболочке), приводимого в движение постоянным магнитом, который вращается в корпусе, выполненном в виде столика.



Рис. 9. Лабораторные мешалки

1 – механическая (верхнеприводная) мешалка;

2 – магнитная мешалка без нагрева;

3 – магнитная мешалка с нагревом и измерительной термопарой

В большинстве типов современных магнитных мешалок предусмотрено нагревание реакционной смеси. Иногда они дополнительно снабжаются специальными измерительными термопарами, позволяющими измерять температуру реакционной смеси и поддерживать ее на заданном значении.

Термопары представляют собой две проволоки или тонкие пластинки ленточного типа, спаянные с одного конца. Для изготовления термопар используют металлы (медь, платину) или сплавы (алюмель, хромель, констант, платиново-родиевый сплав). Спай термопары помещается в зону измерения температуры, а свободные концы присоединяются к гальванометру, шкала которого отградуирована под соответствующую температуру. При нагревании спая термопары в цепи возникает ток, который и фиксируется гальванометром.

Детально с инструкциями по работе с магнитными мешалками, используемыми в практикуме, можно ознакомиться в приложении 1, с. 123.

### 1.13. Работа с газами

#### 1.13.1. Газовые баллоны и работа с ними

Газ в баллонах (рис. 10) находится под высоким (до ~150 атм) давлением в сжатом или сжиженном состоянии, поэтому баллоны являются источником повышенной опасности, их нельзя подвергать тепловому воздействию или ударам. Баллоны должны быть надежно закреплены.

*Студентам не разрешается самостоятельно открывать и перемещать газовые баллоны!*

Для снижения давления газа на выходе из баллона 1 после вентиля 2 устанавливают газовый редуктор 3. Регулировку скорости потока газа из баллона осуществляют с помощью регулировочного винта редуктора. Медленно вращая его, устанавливают нужный ток газа.

По окончании работ следует перекрыть вентиль 2, дать снизиться давлению в системе (проверяют по манометру высокого давления редуктора, расположенному ближе к баллону), после чего полностью ослабляют регулировочный винт редуктора 3.

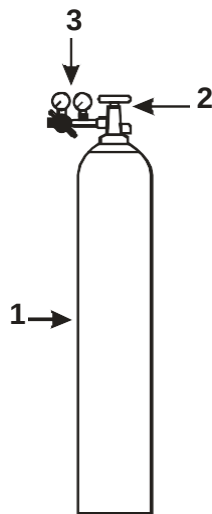


Рис. 10. Газовый баллон  
1 – баллон; 2 – вентиль;  
3 – редуктор

### 1.13.2. Аппарат Киппа

С помощью аппарата Киппа в практикуме, как правило, получают водород и углекислый газ. Аппарат Киппа (рис. 11) состоит из трех сообщающихся резервуаров 1, 2 и 4. Твердый реагент помещают в средний шарообразный резервуар 2 на пластмассовый или фарфоровый вкладыш 3, предохраняющий от попадания твердого реагента в резервуар 4.

Для загрузки аппарата Киппа вынимают боковую трубку с краном 5 и через тубус 6 помещают куски твердого реагента на кольцо 3 вокруг центрального отверстия. Жидкий реагент заливают при открытом кране 5 через воронку, вставленную в отверстие верхнего резервуара до тех пор, пока жидкость не покроет весь твердый реагент (рис. 11, б). В результате начинается реакция и выделяется газ.

Аппарат Киппа способен длительное время автоматически поддерживать заданный ток газа. При перекрывании крана 5 давление газа в среднем резервуаре повышается, в результате чего жидкость из среднего и нижнего резервуаров частично вытесняется в верхний резервуар, твердый реагент перестает контактировать с жидким, и реакция прекращается.

После окончания эксперимента вынимают боковую пробку с краном 5, через тубус 6 извлекают неизрасходованный твердый реагент и весь аппарат Киппа промывают водой.

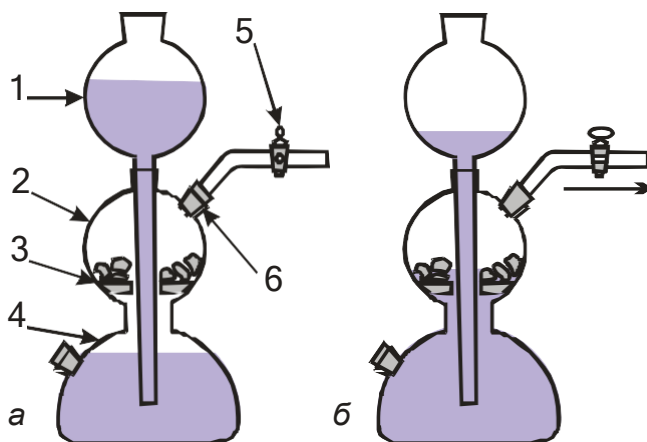


Рис. 11. Аппарат Киппа

*a* – перед началом работы, *б* – в процессе получения газа;

1, 2, 4 – резервуары; 3 – вкладыш; 5 – кран регулировки подачи газа;

6 – тубус для загрузки центрального резервуара

## 1.14. Выделение и высушивание осадков

### 1.14.1. Декантация

Простейшим способом отделения жидкости от нерастворимого вещества является *декантация*, т. е. сливание жидкости с отстоявшегося осадка. Для этого взвеси осадка и раствора дают отстояться, а затем очень осторожно, *не допуская перемешивания, аккуратно сливают верхнюю часть раствора*.

Зачастую операцию декантации *используют для промывки осадка от какой-либо растворимой в растворителе примеси*. Для этого к декантированному осадку добавляют растворитель (чаще всего дистиллированную воду) и перемешивают полученную смесь стеклянной палочкой. Осадку вновь дают осесть на дно и осторожно, не взмучивая осадок, сливают слой раствора по стеклянной палочке.

С помощью декантации трудно полностью отделить раствор от осадка, поэтому для более качественного отделения используют фильтрование.

### 1.14.2. Фильтрование

При фильтровании раствор с осадком пропускают через мелкопористый материал (фильтр), который задерживает на своей поверхности твердые частицы. Жидкость, прошедшую через фильтр и освобожденную от находившихся в ней твердых частиц, называют *фильтратом* или *маточным раствором*.

Скорость фильтрования зависит от размеров частиц твердого вещества, размеров пор фильтра, вязкости жидкости, температуры, давления. Для фильтрования используют различные пористые материалы: фильтровальную бумагу, ткани, вату, стекловату, пластинки из пористого стекла или керамики, различные сыпучие материалы (кварцевый песок, силикагель, активированный гранулированный уголь).

#### *Типы фильтровальных материалов*

*Фильтровальная бумага* – наиболее часто используемый в лаборатории фильтрующий материал. Она поступает в лабораторию в виде листов или круглых фильтров различного диаметра. В зависимости от типа фильтруемого осадка необходимо выбирать пористость бумажного фильтра, которая маркируется на упаковке соответствующим образом (табл. 2).

Бумажные фильтры бывают *обычные (гладкие)* и *складчатые*. Складчатый фильтр более эффективен, т. к. у него больше фильтрующая поверхность. Размер фильтра должен быть таким, чтобы его *верхний край не доходил до края воронки на 3–5 мм*.



Маркировка фильтровальной бумаги

| <i>Скорость фильтрации</i> | <i>Тип фильтруемого осадка</i> | <i>Цвет ленты на упаковке</i> |
|----------------------------|--------------------------------|-------------------------------|
| Высокая                    | Крупнокристаллический          | Белый, желтый                 |
| Умеренная                  | Кристаллический                | Красный                       |
| Низкая                     | Мелкокристаллический           | Зеленый, синий                |
| Очень низкая               | Особо мелкокристаллический     | Фиолетовый                    |

*Приготовление обычного (гладкого) фильтра* (рис. 12, а). Чтобы приготовить гладкий фильтр, из листа фильтрованной бумаги вырезают ножницами квадрат, размер которого зависит от размера воронки; складывают его сначала вдвое, а потом вчетверо. Один из углов сложенного квадрата обрезают ножницами по дуге, отделяют пальцем один слой бумаги от трех остальных и расправляют. Получается конус. Приготовленный фильтр вкладывают в воронку так, чтобы он плотно прилегал к ее стенкам. Затем, слегка прижимая бумагу пальцем к стеклу воронки, смачивают фильтр небольшим количеством растворителя.

*Приготовление складчатого фильтра* (рис. 12, б). Для изготовления складчатого фильтра квадратный лист фильтровальной бумаги складывают вчетверо и обрезают (так же, как для приготовления гладкого фильтра). Гладкий фильтр раскрывают так, чтобы получился полукруг. Затем заготовку как можно чаще складывают по радиусу то в одну сторону, то в другую. Получается гармоника, которую расправляют так, чтобы образовался конус, и вставляют в воронку.

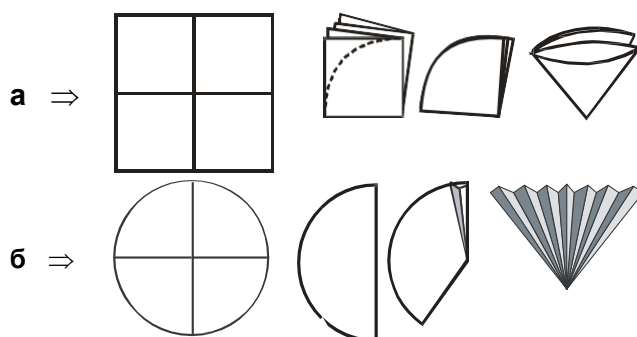


Рис. 12. Изготовление бумажного фильтра  
а – обычного (гладкого); б – складчатого

*Стеклянные пористые фильтры (стеклофильтры)* можно использовать для фильтрования самых разных растворов, в том числе и агрессивных (кислоты, разбавленные щелочные растворы), за исключением концентрированных щелочных жидкостей и растворов плавиковой кислоты. В зависимости от пористости мембраны, стеклянные фильтры делят на четыре типа (табл. 3). На стеклофильтрах отечественного производства пористость указывают в виде надписи, например, «пор 40», иностранные производители используют классификацию Sx, где x – один из стандартных типов пористости:

Таблица 3

Маркировка стеклянных пористых фильтров

| <i>Диаметр пор,<br/>мкм</i> | <i>Класс Sx</i> | <i>Тип фильтруемого осадка</i> |
|-----------------------------|-----------------|--------------------------------|
| 160                         | S1              | Крупнокристаллический          |
| 100                         | S2              | Кристаллический                |
| 40                          | S3              | Мелкокристаллический           |
| 16                          | S4              | Особо мелкокристаллический     |

В связи с тем, что стеклофильтры используются многократно, после каждого фильтрования их необходимо тщательно промыть. Для этого используют воду, различные органические растворители, а для особо трудноудаляемых осадков – растворы, обладающие сильными окислительными свойствами (концентрированную азотную кислоту, хромовую смесь, «царскую водку» и т. д.).

#### *Фильтрование при обычном давлении*

При обычном фильтровании воронку с фильтром укрепляют на кольце штатива или в фарфоровом треугольнике.

Иногда воронку вставляют непосредственно в горло колбы. Воронку устанавливают так, чтобы ее конец касался стенки сосуда, в который собирают фильтрат, на расстоянии 15–20 мм от его верхнего края (рис. 13). Смесь жидкости с осадком перемешивают стеклянной палочкой и, не давая осадку осесть на дно, аккуратно наливают полученную взвесь в воронку по стеклянной палочке до уровня заполнения воронки на 2–3 мм ниже края фильтра.

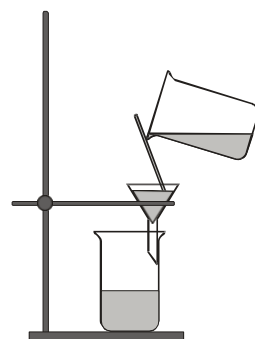


Рис. 13. Установка для обычного фильтрования

### *Горячее фильтрование*

При перекристаллизации вещества необходимо фильтровать горячие насыщенные растворы. При попадании на фильтр такого раствора происходит его охлаждение и выпадение части перекристаллизуемого вещества в виде кристаллического осадка, что ведет к потере очищаемого продукта. Чтобы этого не происходило, используют воронки для горячего фильтрования (рис. 14).

В такое нагревательное устройство вставляют стеклянную коническую воронку, в которую, в свою очередь, вкладывают гладкий или складчатый фильтр. Перед фильтрованием данную установку нагревают примерно до температуры фильтруемого раствора. Последующие операции фильтрования проводятся аналогично обычному фильтрованию на конической стеклянной воронке с бумажным фильтром.

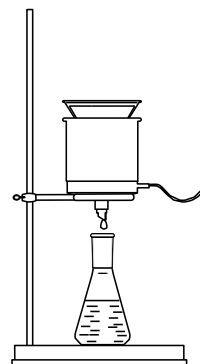


Рис. 14. Установка  
для горячего фильтрования

### *Фильтрование под уменьшенным давлением*

Для ускорения процесса фильтрования его ведут при пониженном давлении. При таком способе фильтрования используют воронки Бюхнера или стеклянные пористые фильтры. В качестве приемников фильтрата обычно используют колбы Бунзена, а в случае небольших количеств растворов – пробирки Вюрца. Установку для фильтрования под уменьшенным давлением (рис. 15) подсоединяют к водоструйному или мембранному насосу. Насос создает в сосуде разрежение, благодаря чему фильтрование протекает с большей скоростью.

Фильтрование под уменьшенным давлением производят следующим образом. Из фильтровальной бумаги вырезают кружок, диаметр которого на 2–3 мм меньше диаметра дна воронки Бюхнера. Кружок кладут на дно воронки и смачивают дистиллированной водой.

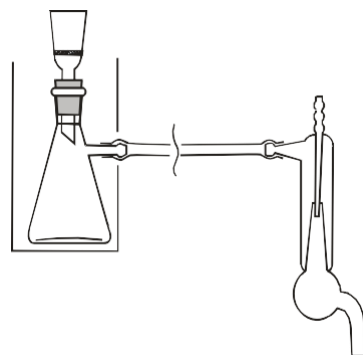


Рис. 15. Фильтрование  
под уменьшенным давлением

Воронку Бюхнера с резиновой пробкой вставляют в горло колбы Бунзена, защищенной специальным сетчатым чехлом. Во избежание попадания водопроводной воды в маточный раствор между колбой Бунзена и насосом рекомендуется присоединить пустую толстостенную предохранительную склянку.

Взмученный осадок по стеклянной палочке переносят на фильтр, включают вакуумный насос и аккуратно присоединяют к нему собранную установку. По мере уменьшения объема фильтруемой взвеси в воронке Бюхнера постепенно доливают раствор на фильтр, следя за тем, чтобы осадок постоянно находился под слоем жидкости. В противном случае в нем образуются трещины, и дальнейшее фильтрование протекает неравномерно.

Если для дальнейшей работы нужен осадок, а не фильтрат, то после окончания фильтрования его следует промыть. В качестве промывной жидкости можно использовать небольшое количество охлажденного растворителя, используемого для перекристаллизации, или растворитель, в котором осадок плохо растворяется. Для промывания вначале отключают насос от прибора (*не перекрывая при этом поток воды в водоструйном насосе!*), затем приливают в воронку промывную жидкость, осторожно (*чтобы не порвать бумажный фильтр!*) взмучивают осадок и вновь присоединяют насос.

По окончании фильтрования сначала отсоединяют насос от колбы Бунзена, а затем его выключают. Воронку вынимают из колбы, осадок переносят с помощью шпателя в подготовленную тару (бюкс, чашку Петри и др.).

### 1.14.3. Высушивание осадков

Для ускорения высушивания твердых веществ используют следующий ряд приемов: отжим между листами фильтровальной бумаги; высушивание в потоке проходящего через вещество воздуха, создаваемого насосом; замена удаляемой жидкости на легколетучие растворители; высушивание на открытом воздухе; высушивание при нагревании; высушивание в эксикаторе с осушающими реагентами. Высушенное вещество не должно прилипать к стеклянной палочке и не должно изменять массу при последующих операциях высушивания.

*Отжим между листами фильтровальной бумаги.* Для удаления избытка растворителя сырой продукт помещают между листами фильтровальной бумаги и тщательно отжимают. При необходимости процедуру отжима повторяют, заменив намокшие листы фильтровальной бумаги новыми.

*Высушивание в потоке проходящего через вещество воздуха.* Для этого после операции фильтрования при пониженном давлении вещество на фильтре оставляют на 10–15 мин в токе воздуха, создаваемом насосом.

*Замена удаляемой жидкости на легколетучие растворители.* Данный способ наиболее эффективен при отделении твердого вещества от жидкости фильтрованием при пониженном давлении. Если вещество необходимо быстро высушить от воды, его несколько раз промывают на воронке небольшим количеством спирта, а затем – эфиром. Для ускорения высушивания через твердый осадок на воронке в течение некоторого времени пропускают воздух с помощью водоструйного (мембранного) насоса. Важно, чтобы легколетучие растворители не вступали во взаимодействие с осадком и не растворяли его.

*Высушивание на открытом воздухе.* Этот способ может быть применен к веществам негигроскопичным, легко отдающим влагу, не окисляющимся на воздухе, когда время сушки не имеет значения. Вещество насыпают тонким слоем в чашку Петри или другой широкий сосуд и выдерживают на воздухе до полного высыхания.

*Высушивание при нагревании.* Скорость потери твердым веществом влаги и других растворителей сильно увеличивается при повышении температуры. Высушивание при нагревании обычно проводят в сушильных шкафах. Этот метод можно рекомендовать только для устойчивых к нагреванию соединений со сравнительно высокой температурой плавления и разложения. Вещество, помещенное в открытую чашку Петри или бюкс, ставят на полку сушильного шкафа и включают шкаф, настроенный на нужную температуру.

*Высушивание в эксикаторе с осушающими реагентами.* Высушивание в эксикаторе над водоотнимающими реагентами позволяет добиться более полного удаления влаги даже из гигроскопичных соединений по сравнению с высушиванием на воздухе. На дно эксикатора помещают водоотнимающий реагент (безводный хлорид кальция, концентрированную серную кислоту, оксид фосфора(V) и т. д.). Размещают в эксикаторе специальный фарфоровый вкладыш, на который ставят осушаемое вещество в широком открытом сосуде (например, чашке Петри). Если используется вакуумный эксикатор, его укрывают плотной материей или металлической сеткой и подключают к водоструйному или мембранному насосу. В вакуумном эксикаторе использовать в качестве водоотнимающего средства концентрированную серную кислоту запрещается!

## Лабораторная работа № 2 "Очистка растворимых солей методом перекристаллизации"

Очистка перекристаллизацией основана на изменении растворимости вещества с изменением температуры. *Растворимость* – это содержание вещества (его концентрация) в насыщенном растворе. Она обычно выражается в граммах растворенного вещества на 100 г растворителя. У большинства веществ растворимость с повышением температуры возрастает. Для перекристаллизации вещество растворяют в подходящем растворителе при повышенной температуре. Нерастворимые примеси отфильтровывают. При последующем понижении температуры раствор становится *пересыщенным* и происходит выделение осадка очищаемого вещества.

Если вещество содержало малые количества других растворимых веществ (примесей), насыщение относительно последних не будет достигнуто при понижении температуры смеси, поэтому они не выпадут в осадок вместе с кристаллами очищаемого вещества. Если очищаемое вещество имеет большую растворимость и при низкой температуре, то его можно выделить из раствора добавлением органических растворителей, например, спирта, т. к. в водно-органических растворах растворимость многих веществ уменьшается.

Ничтожные количества примесей механически могут увлекаться кристаллами осадка, но при повторных перекристаллизациях можно получить практически чистое вещество. Кроме того, эти ничтожные примеси можно удалить промыванием кристаллов растворителем после отделения их от маточного раствора (фильтрата).

### 4.1.1. Хлорид калия

Используя справочные данные по растворимости KCl (приложение 2, с. 133), рассчитать объем воды и массу соли, необходимые для приготовления 80 г насыщенного при 60 °C раствора. Взвесить рассчитанное количество соли и поместить навеску в стакан объемом 100 мл. Отмерить цилиндром рассчитанный объем воды и перелить ее в стакан с солью. Растворить KCl при перемешивании раствора стеклянной палочкой и нагревании на электроплитке почти до кипения. Для отделения нерастворимых примесей горячий раствор быстро профильтровать через складчатый фильтр, используя воронку для горячего фильтрования. Фильтрат собрать в фарфоровую чашку, поста-

вить на водяную баню и упарить до половины начального объема. Затем раствор охладить до комнатной температуры.

Образовавшиеся кристаллы отфильтровать под уменьшенным давлением на воронке Бюхнера, промыть 1–2 мл охлажденной дистиллированной воды. Перекристаллизованную соль высушить в сушильном шкафу при 60 °С.

#### **Вопросы и задания**

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) очищенного вещества и растворить его в ~1 мл дистиллированной воды. К полученному раствору добавить 2–3 капли раствора  $\text{BaCl}_2$  для определения примеси сульфатов. Аналогично проанализировать на наличие примесей фильтрат. Отметить и объяснить наблюдаемые эффекты. Написать уравнение реакции.

#### **4.1.2. Дихромат калия**

Используя справочные данные по растворимости  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (приложение 2, с. 133), рассчитать массу соли и объем воды, которые необходимо взять для получения 50 г насыщенного при 60 °С раствора. Растереть в ступке загрязненный дихромат калия. Взвесить рассчитанное количество соли и поместить навеску в стакан объемом 100 мл. Отмерить цилиндром рассчитанное количество воды и перелить ее в стакан с дихроматом калия. Растворить  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  при перемешивании раствора стеклянной палочкой и нагревании на электроплитке до 60 °С. Для отделения нерастворимых примесей горячий раствор быстро профильтровать через складчатый фильтр с использованием воронки для горячего фильтрования. Фильтрат собрать в стакан объемом 100 мл, охладить вначале до комнатной температуры, а затем до 3–5 °С.

Образовавшиеся кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть ~5 мл ледяной воды и перенести в тарированную чашку Петри. Высушить вещество в сушильном шкафу при 120 °С в течение 30 мин. Охладить чашку Петри с кристаллами до комнатной температуры и взвесить.

#### **Вопросы и задания**

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) очищенного вещества и растворить его в ~1 мл дистиллированной воды. К полученному

*раствору добавить 3–4 капли концентрированной соляной кислоты (для чего?) и 2–3 капли раствора хлорида бария. Аналогично проанализировать на наличие примесей фильтрат, также предварительно подкислив его. Отметить и объяснить наблюдаемые эффекты. Написать уравнение реакции.*

#### **4.1.3. Пентагидрат сульфата меди(II)**

Используя справочные данные по растворимости  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (приложение 2, с. 133), рассчитать объем воды и массу медного купороса, необходимые для приготовления 50 г насыщенного при 80 °С раствора. Растереть в ступке загрязненный медный купорос. Взвесить рассчитанное количество соли и поместить навеску в стакан объемом 100 мл. Отмерить цилиндром рассчитанное количество воды и перелить ее в стакан с медным купоросом. Растворить соль при перемешивании раствора стеклянной палочкой и нагревании на электроплитке до 80 °С. Горячий насыщенный раствор соли быстро отфильтровать от нерастворимых примесей через складчатый фильтр. Фильтрат собрать в стакан объемом 100 мл и охладить сначала до комнатной температуры, а затем до ~0 °С в бане со льдом.

Образовавшиеся сине-голубые кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть сначала ~5 мл ледяной воды, затем ~5 мл спирта и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10–15 мин. Вещество считается высушенным, если его кристаллы не прилипают к стеклянной палочке. Высушенное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

##### **Вопросы и задания**

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Поместить в сухую пробирку немного (на кончике шпателя) очищенного вещества и нагреть его в пламени спиртовки. Что наблюдается? Написать уравнение реакции.

4. Поместить в пробирку немного очищенного вещества и растворить его в ~1 мл дистиллированной воды. К полученному раствору добавить 2–3 капли раствора нитрата серебра для определения примеси хлорид-ионов. Аналогично проанализировать на наличие примесей фильтрат. Отметить и объяснить наблюдаемые эффекты. Написать уравнение реакции. Содержимое пробирок слить в склянку с надписью «Слив серебра», промыть пробирки водой и снова слить в эту же склянку.



#### 4.1.4. Гептагидрат сульфата железа(II)

Используя справочные данные по растворимости  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (приложение 2, с. 133), рассчитать объем воды и массу кристаллогидрата сульфата железа(II), которые необходимо взять, чтобы приготовить 40 г насыщенного при 50 °С раствора. Растереть в ступке загрязненный железный купорос. Взвесить рассчитанное количество соли и поместить навеску в стакан объемом 100 мл. Отмерить цилиндром рассчитанное количество воды, перелить ее в стакан с железным купоросом и добавить 4–5 капель концентрированной серной кислоты (для чего?). Растворить соль при перемешивании стеклянной палочкой и нагревании на электроплитке до 50 °С. Горячий насыщенный раствор соли быстро отфильтровать от нерастворимых примесей через складчатый фильтр. Фильтрат собрать в стакан объемом 100 мл и охладить его до комнатной температуры. К охлажденному фильтрату при перемешивании стеклянной палочкой небольшими порциями (по 5–10 мл) прилить 50 мл этанола.

Образовавшиеся светло-зеленые кристаллы гептагидрата сульфата железа(II) отфильтровать на воронке Бюхнера, дважды промыть порциями по ~5 мл спирта и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10–15 мин. Вещество считается высушенным, если его кристаллы не прилипают к стеклянной палочке. Высушенное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

##### **Вопросы и задания**

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.
2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.
3. Проверить наличие ионов  $\text{Fe}^{3+}$  в фильтрате и очищенной соли. Для этого немного очищенного вещества растворить в ~1 мл дистиллированной воды и прилить несколько капель раствора роданида аммония. Аналогично проанализировать фильтрат. Что наблюдается в каждом из опытов? Написать уравнение реакции.

#### 4.1.5. Пентагидрат тиосульфата натрия

Используя справочные данные по растворимости  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (приложение 2, с. 133), рассчитать объем воды и массу кристаллогидрата тиосульфата натрия, которые необходимо взять, чтобы приготовить 50 г насыщенного при 45 °С раствора. Взвесить рассчитанное количество соли, поместить навеску в стакан объемом 50 мл и прилить необходимый объем дистиллированной воды, отмеренный с помощью цилиндра. Растворить соль при

перемешивании стеклянной палочкой и нагревании на водяной бане до 45 °С. Горячий насыщенный раствор соли быстро профильтровать через складчатый фильтр. Фильтрат собрать в стакан объемом 50 мл и охладить его до 0 °С в кристаллизаторе со льдом при перемешивании стеклянной палочкой.

Образовавшиеся прозрачные бесцветные кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть сначала ~5 мл спирта, а затем таким же количеством эфира и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10–15 мин. Вещество считается высушенным, если его кристаллы не прилипают к стеклянной палочке. Высушенное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

### **Вопросы и задания**

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Используя нагревательный столик «Бозциус», определить температуру плавления очищенного вещества. Сравнить полученное значение со справочной величиной ( $T_{пл.} = 48,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Можно ли назвать наблюдаемый процесс плавлением?

4. Проверить наличие сульфат-ионов в фильтрате и очищенной соли. Для этого немного (на кончике шпателя) очищенного вещества растворить в ~1 мл дистиллированной воды и добавить 2–3 капли раствора  $\text{BaCl}_2$ . Аналогично проанализировать фильтрат. Что наблюдается? Написать уравнение реакции.

### **4.1.6. Декагидрат карбоната натрия**

Используя справочные данные по растворимости  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  (приложение 2, с. 133), рассчитать массу кристаллогидрата карбоната натрия и объем воды, необходимые для приготовления 50 г насыщенного при 30 °С раствора. Взвесить рассчитанное количество соли, поместить навеску в стакан объемом 100 мл и прилить необходимый объем дистиллированной воды, отмеренный с помощью цилиндра. Растворить соль при перемешивании стеклянной палочкой и нагревании на водяной бане до 35 °С.

Если раствор непрозрачный, его необходимо профильтровать с помощью воронки для горячего фильтрования. Фильтрат собрать в стакан объемом 100 мл и, периодически перемешивая стеклянной палочкой, охладить вначале до комнатной температуры, а затем до 0 °С в кристаллизаторе со льдом.

Образовавшиеся прозрачные бесцветные кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера и промыть 2–3 мл ледяной дистиллированной воды. Кристаллы отжать между листами фильтровальной бумаги. Вещество считается высушенным, если его кристаллы не прилипают к стеклянной палочке. Высушенное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

### **Вопросы и задания**

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Проверить наличие хлорид- и сульфат-ионов в фильтрате и очищенной соли. Для этого в две пробирки внести немного (на кончике шпателя) очищенного вещества и растворить его в ~0,5 мл дистиллированной воды. В обе пробирки осторожно по каплям добавить раствор азотной кислоты (для чего?) до прекращения выделения газа. Затем в первую пробирку добавить 2–3 капли раствора  $\text{AgNO}_3$ , во вторую – столько же раствора  $\text{BaCl}_2$ . Аналогично проанализировать фильтрат, также предварительно подкислив его до прекращения выделения газа. Что наблюдается в каждом из опытов? Написать уравнения реакций. Содержимое пробирок, в которых проводили опыты с  $\text{AgNO}_3$ , слить в склянку с надписью «Слив серебра», промыть пробирки водой и снова слить в эту же склянку.

### **4.1.7. Додекагидрат сульфата калия-алюминия (алюмокалиевые квасцы)**

Используя справочные данные по растворимости  $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  (приложение 2, с. 133), рассчитать массу кристаллогидрата и объем воды, необходимые для приготовления 40 г насыщенного при 80 °С раствора. Растереть в ступке загрязненные квасцы. Взвесить рассчитанное количество соли и поместить навеску в стакан объемом 100 мл. Отмерить цилиндром рассчитанное количество воды, перелить ее в стакан с квасцами и добавить 1–2 капли концентрированной серной кислоты (для чего?). При перемешивании стеклянной палочкой нагреть раствор на электроплитке почти до кипения. Горячий раствор соли быстро профильтровать с помощью воронки для горячего фильтрования. Фильтрат собрать в стакан объемом 100 мл и, периодически перемешивая стеклянной палочкой, охладить его вначале до комнатной температуры, а затем до 0 °С в кристаллизаторе со льдом.

Образовавшиеся прозрачные бесцветные кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера и промыть 2–3 мл ледяной дистиллированной воды. Кри-

сталлы отжечь между листами фильтровальной бумаги. Вещество считается высушенным, если его кристаллы не прилипают к стеклянной палочке. Высушенное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

### **Вопросы и задания**

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Используя нагревательный столик «Бозциус», определить температуру плавления очищенного вещества. Сравнить полученное значение со справочной величиной ( $T_{пл.} = 92,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Можно ли назвать наблюдаемый процесс плавлением?

4. Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) очищенного вещества и растворить его в  $\sim 1$  мл дистиллированной воды. К раствору добавить 2–3 капли раствора  $\text{AgNO}_3$  для определения примеси хлорид-ионов. Аналогично проанализировать на наличие примесей фильтрат. Отметить и объяснить наблюдаемые эффекты. Написать уравнение реакции. Содержимое пробирок слить в склянку с надписью «Слив серебра», промыть пробирки водой и снова слить в эту же склянку.

## **Лабораторная работа № 3 "Очистка веществ методом сублимации"**

Сублимация (возгонка) – переход твердого вещества в газообразное состояние, минуя жидкую фазу. Сублимация может быть использована для очистки веществ, обладающих значительным давлением насыщенного пара при температуре ниже температуры его плавления (например, иода, иодида сурьмы(III), иодида олова(IV) и др.). Используя способность ряда веществ возгоняться, легко получить их в чистом виде, если примеси не возгоняются.

### **4.1.8. Очистка иода**

На дно сублиматора (рис. 24) поместить 1,0 г кристаллического иода и пару кристаллов иодида калия. Подключить охлаждающую часть сублиматора к водопроводной системе и нагревать пламенем спиртовки дно сублиматора. Нагревание проводят до полной сублимации иода. После окончания возгонки кристаллы очищенного иода аккуратно перенести в тарированный бюкс и взвесить.

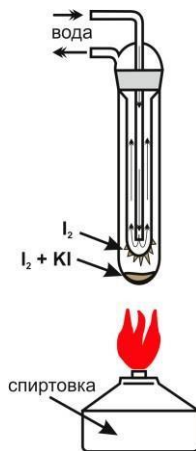


Рис. 24. Сублиматор

### **Вопросы и задания**

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески иода.
2. Какие вещества и от каких примесей можно очистить методом сублимации?
3. Зачем при очистке иода методом сублимации добавляют иодид калия?

### **Лабораторная работа № 4 "Очистка жидких и газообразных веществ"**

Одним из основных способов очистки жидкостей является перегонка (дистилляция), основанная на превращении жидкости в пар с последующей конденсацией пара в жидкость при его охлаждении.

Жидкость закипает, когда давление ее пара становится равным внешнему давлению. Чистое вещество при заданном постоянном давлении кипит при строго определенной температуре. *Температура кипения является характеристикой чистоты жидкого вещества.* Обычно в справочниках указывают температуру кипения жидкого вещества ( $T_{\text{кип.}}$ ) при стандартном давлении, равном 760 мм рт. ст. (т. е. при 1 атм). В отличие от индивидуальных жидкостей, жидкие растворы (или смеси жидких веществ) кипят при различных температурах, зависящих главным образом от состава растворов.

#### **4.2.1. Очистка воды**

Собрать установку для перегонки жидкостей при атмосферном давлении (рис. 25). В круглодонную колбу 3 емкостью 500 мл налить примерно до половины объема водопроводную воду, содержащую немного медного купороса. На дно колбы поместить кусочки пористой керамики («кипелки»). Укрепить перегонную колбу в лапке штатива 4 над колбонагревателем 2, расположенном на подъемном столике 1. В колбу вставить насадку Вюрца 5 и термометр 6. Для правильного определения температуры кипения жидкости конец термометра должен находиться напротив бокового отвода насадки Вюрца.

В другом штативе закрепить холодильник 7 с присоединенными к нему шлангами, с помощью которых холодильник подключают к водопроводной системе. *Водопроводная вода должна поступать в холодильник снизу вверх!*

Соединить холодильник с приемником 10 посредством аллонжа 8. Хлоркальциевую трубку 9 заполнить натронной известью (смесь оксида кальция и гидроксида натрия), для этого в шарик трубки поместить немного ваты, затем кусочки натронной извести, затем снова немного ваты. Присоединить заполненную хлоркальциевую трубку к аллонжу с помощью неболь-

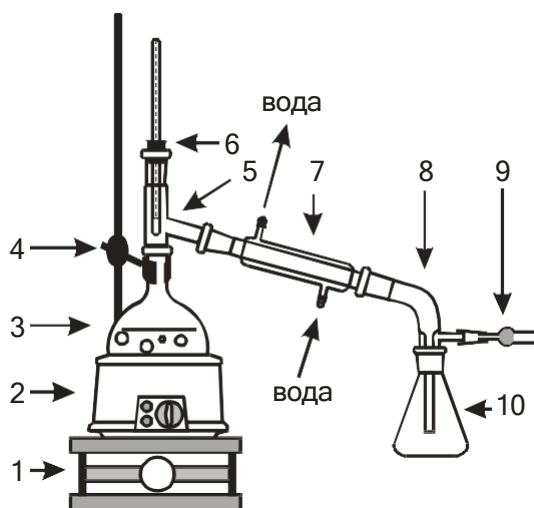


Рис. 25. Установка для перегонки жидкостей при атмосферном давлении  
 1 – подъемный столик; 2 – колбонагреватель; 3 – круглодонная колба; 4 – штатив;  
 5 – насадка Вюрца; 6 – термометр; 7 – холодильник; 8 – аллонж;  
 9 – хлоркальциевая трубка; 10 – колба-приемник

шого отрезка шланга. Осторожно открывая водопроводный кран, заполнить холодильник водой и отрегулировать ее ток. После того как прибор собран, нагреть с помощью колбонагревателя очищаемую воду до кипения.

Отогнать в приемник 15–20 мл жидкости («предгон») и вылить ее. Затем присоединить к установке другую колбу-приемник и продолжить перегонку.

*Записать в лабораторном журнале температуру, при которой шла перегонка основной порции воды, величину атмосферного давления и соответствующую этому давлению температуру кипения чистой воды (найти в литературе).*

После того как в колбе-приемнике соберется ~50 мл жидкости, нагревание перегонной колбы прекратить, выключив колбонагреватель и опустив подъемный столик. Отсоединить от аллонжа колбу-приемник и закрыть ее пробкой.

*Определить электропроводность\* исходной очищаемой воды и собранного дистиллята. Сравнить полученные величины удельной электропроводности. Сделать вывод об эффективности очистки воды таким способом.*

\* Информация об электропроводности изложена в разделе 2.3, с. 39; инструкция по ее измерению на приборе «Анион» приведена в приложении 1, с. 130.

*Примечание:* тщательно очищенная вода, хранящаяся в кварцевой посуде (без доступа углекислого газа), при 25 °С имеет удельную электропроводность  $\chi = 6,33 \cdot 10^{-8} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ .

### **Вопросы**

1. *От каких примесей вода может быть очищена таким методом?*
2. *Для чего хлоркальцевая трубка заполняется натронной известью?*
3. *Зачем используется пористая керамика («кипелки»)?*
4. *Является ли температура конденсации характеристикой чистоты вещества? От какого параметра зависит величина  $T_{\text{кип}}$  чистой жидкости?*

## **4.2.2. Очистка соляной кислоты**

Соляная кислота может быть загрязнена ионами тяжелых металлов, серной кислотой и др. примесями. Очистить такой раствор от примесей можно перегонкой, однако в этом случае перегоняется *азеотропная смесь*, содержащая 20,24 масс. % хлороводорода. Плотность такого раствора составляет 1,1 г/см<sup>3</sup>, температура кипения 108 °С при давлении 1 атм.

Для азеотропных растворов при определенной концентрации наблюдается постоянная температура кипения (при постоянном внешнем давлении). При этом составы раствора и пара одинаковы и остаются неизменным в процессе перегонки.

Для очистки раствора соляной кислоты *в вытяжном шкафу* собрать установку для перегонки при атмосферном давлении (см. рис. 25, с. 64), *не используя хлоркальцевую трубку 9*. Так же, как и при перегонке воды, присоединить с помощью шлангов холодильник 7 к водопроводной системе и отрегулировать ток воды, подаваемой в холодильник снизу вверх.

*Измерить ареометром плотность исходной соляной кислоты, приготовленной для очистки от примесей, и определить ее процентную концентрацию, используя справочные данные (приложение 2, с. 136).*

В круглодонную колбу объемом 500 мл налить ~250 мл исходного раствора соляной кислоты. Для перегонки может быть использована, например, ~15 %-ая соляная кислота. Поместить в этот раствор кусочки пористой керамики («кипелки»). Нагреть кислоту до кипения.

*Отметить начальную температуру кипения кислоты. Как изменяется температура кипения кислоты по мере перегонки жидкости?*

После того как температура кипения жидкости перестанет изменяться, *записать величину постоянной температуры кипения* и сменить колбу-приемник 10. Отогнать в новый приемник ~100 мл жидкости.

*Измерить ареометром плотность перегнанной жидкости и жидкости, оставшейся в перегонной колбе после ее охлаждения. Используя справочные данные (приложение 2, с. 136), определить процентные концентрации этих растворов. Сравнить их между собой и с концентрацией исходного раствора.*

### **Вопросы**

1. Равен ли состав пара над жидкостью ее составу в момент кипения?
2. Зачем используется пористая керамика («кипелки»)?
3. Что такое азеотроп?
4. Смесь каких жидкостей нельзя разделить перегонкой?

## **4.3. Получение и очистка газов**

Для получения достаточно больших объемов газов в лаборатории применяют колбу Вюрца или аппарат Киппа. Полученные химическим путем газы часто содержат пары воды, летучие вещества и аэрозольные примеси. Для очистки газов применяют склянки Дрекселя и U-образные трубки, заполненные жидкими и твердыми реагентами.

### **4.3.1. Получение и очистка хлора**

Хлор, получаемый действием соляной кислоты на перманганат калия, содержит мелкие капли (аэрозоль) соляной кислоты, воды и раствора окислителя, увлекаемые из зоны реакции током газа.

Собрать в *вытяжном шкафу* установку для получения хлора (рис. 26). Коническую колбу 5, закрытую пластиковой пробкой, предварительно взвесить на весах с точностью до 0,01 г. В колбу Вюрца 1, закрепленную в лапке штатива, поместить ~25 г перманганата калия и смочить небольшим количеством воды (~10 мл). В капельную воронку 2 налить концентрированную соляную кислоту не более 2/3 ее объема и закрыть пробкой. Колбу Вюрца соединить последовательно со склянками Дрекселя 3 и Г-образной стеклянной трубкой 4. В первую склянку Дрекселя налить такое количество воды, чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см, а во вторую – такой же объем концентрированной серной кислоты с таким же погружением трубки. Г-образную стеклянную трубку 4 опустить в коническую колбу 5 объемом 250 мл для сбора хлора и прикрыть отверстие колбы ватой.

Для получения равномерного тока хлора медленно приоткрыть кран капельной воронки и добавлять по каплям концентрированную соляную кислоту к окислителю. Вначале следует создать интенсивный ток хлора для быстрого вытеснения газом воздуха из всех склянок. Когда хлор (желто-зеленый



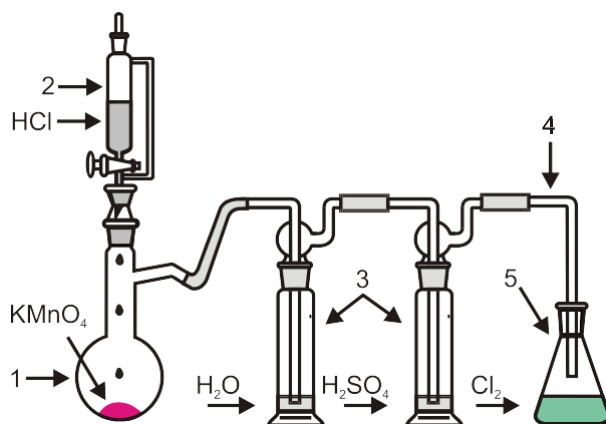


Рис. 26. Установка для получения хлора

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка с противодавлением;  
3 – склянки Дрекселя; 4 – Г-образная трубка; 5 – коническая колба

газ) заполнит все склянки, следует установить прохождение газа через склянки Дрекселя со скоростью 2–3 пузырька в секунду.

Пропускать хлор в течение ~10 мин, затем закрыть кран капельной воронки, осторожно извлечь вату и стеклянную трубку 4 из колбы 5, быстро закрыть ее пластиковой пробкой и взвесить. Продолжить пропускание хлора до постоянной массы колбы с газом, закрытой пробкой (*записать все промежуточные данные взвешивания*). Определить объем колбы 5 по объему воды, необходимой для ее полного заполнения до пробки. Отметить температуру и давление воздуха.

### **Вопросы и задания**

1. От каких примесей происходит очистка хлора при пропускании через склянки Дрекселя с водой и концентрированной серной кислотой?
2. Занести экспериментальные данные в табл. 9. Считая собранный газ идеальным, рассчитать молярную массу  $\text{Cl}_2$  и сравнить ее с теоретической.

Таблица 9

Определение молярной массы  $\text{Cl}_2$

| Масса колбы с пробкой и воздухом, г | Масса колбы с пробкой и хлором, г | Объем колбы до пробки, л | Температура воздуха, К | Давление воздуха, атм | Молярная масса хлора, г/моль |
|-------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------|------------------------|-----------------------|------------------------------|
|                                     |                                   |                          |                        |                       |                              |

### 4.3.2. Получение и очистка диоксида углерода

В лабораторных условиях диоксид углерода обычно получают действием 20 %-го раствора соляной кислоты на мрамор ( $\text{CaCO}_3$ ) в аппарате Киппа. Получаемый таким образом углекислый газ содержит мелкие капли реакционного раствора (аэрозоля), увлекаемые из зоны реакции током газа.

Собрать в *вытяжном шкафу* установку для получения и очистки углекислого газа (рис. 27). Сухую коническую колбу 8 с пластиковой пробкой предварительно взвесить на весах с точностью до 0,01 г. В средний резервуар 2 через тубус 4 поместить кусочки мрамора. Затем в тубус вставить пробку с газоотводной трубкой, снабженной краном 5. Кран должен быть открыт для выхода воздуха. Через верхний резервуар 3 с помощью химической воронки налить раствор соляной кислоты, заполнив полностью нижний резервуар 1. После заполнения нижнего резервуара кран 5 закрыть и долить еще столько кислоты, чтобы она заполнила верхний резервуар 3 не больше, чем на 1/3. Трубку с краном соединить последовательно со склянками Дрекселя 6 и Г-образной стеклянной трубкой 7. В первую склянку Дрекселя налить такое количество воды, чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см, а во вторую – такой же объем концентрированной серной кислоты с таким же погружением трубки. Г-образную стеклянную трубку 7 опустить в коническую колбу 8 объемом 250 мл для сбора  $\text{CO}_2$  и прикрыть отверстие колбы ватой.

Для вытеснения воздуха из всех склянок вначале через них пропускать сильный ток  $\text{CO}_2$  (в течение ~5 мин), после чего его можно уменьшить, установив прохождение газа через склянки Дрекселя со скоростью 2–3 пузырька в секунду. Ток образующегося диоксида углерода регулируется краном 5.

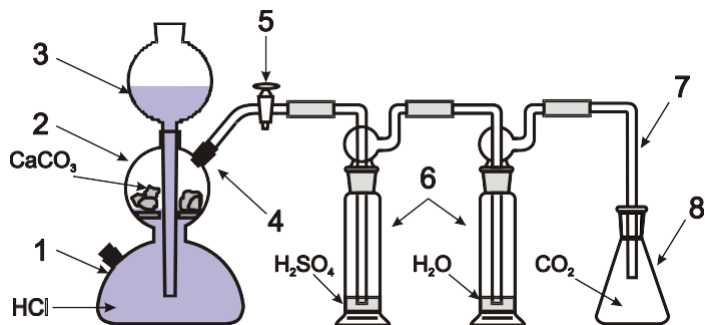


Рис. 27. Установка для получения углекислого газа

- 1, 2, 3 – нижний, средний и верхний резервуары аппарата Киппа соответственно;  
4 – тубус аппарата Киппа; 5 – газоотводная трубка с краном; 6 – склянки Дрекселя;  
7 – Г-образная трубка; 8 – приемная колба

Еще через ~5 мин закрыть кран 5, осторожно извлечь вату и стеклянную трубку 7 из конической колбы 8, быстро закрыть ее пробкой и взвесить. Продолжить пропускание диоксида углерода до постоянной массы колбы с газом, закрытой пробкой (*записать все промежуточные данные взвешивания*). Определить объем приемной колбы по объему воды, необходимой для ее полного заполнения до пробки. Отметить температуру и давление воздуха.

### **Вопросы и задания**

1. От каких примесей происходит очистка  $\text{CO}_2$  при пропускании через склянки Дрекселя с водой и концентрированной серной кислотой?
2. Занести экспериментальные данные в табл. 10. Считая собранный газ идеальным, рассчитать молярную массу  $\text{CO}_2$  и сравнить ее с теоретической.

Таблица 10

Определение молярной массы  $\text{CO}_2$

| Масса колбы с пробкой и воздухом, г | Масса колбы с пробкой и $\text{CO}_2$ , г | Объем колбы до пробки, л | Температура воздуха, К | Давление воздуха, атм | Молярная масса $\text{CO}_2$ , г/моль |
|-------------------------------------|-------------------------------------------|--------------------------|------------------------|-----------------------|---------------------------------------|
|                                     |                                           |                          |                        |                       |                                       |

## **4.4. Разделение и очистка неорганических веществ методом ионообменной хроматографии**

Ионообменная хроматография на катионообменных смолах (катионитах) основана на обратимом обмене подвижных ионов смолы и катионов металлов. Для разделения катионов металлов в качестве ионообменной колонки (рис. 28) используют бюретку объемом 25 мл с катионообменной смолой КУ-2-8 в  $\text{H}^+$ -форме.

При хроматографическом разделении смеси веществ с использованием ионообменной смолы необходимо следить, чтобы над смолой находился слой жидкости 1–2 см. Это необходимо для того, чтобы катионит не содержал пузырьков воздуха, препятствующих контакту раствора со смолой.

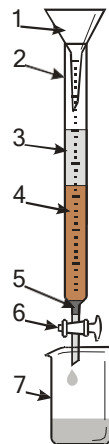


Рис. 28. Хроматографическая колонка

- 1 – воронка; 2 – бюретка;  
3 – раствор; 4 – ионообменная смола;  
5 – стекловата; 6 – кран; 7 – стакан

#### 4.4.1. Разделение солей железа(III) и меди(II)

Разделение солей Fe(III) и Cu(II) основано на переводе катионов этих металлов в комплексные ионы, имеющие противоположные заряды: железа(III) – в анионный комплекс, меди(II) – в катионный. Железо связывают в цитратный комплекс  $[\text{Fe}(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2]^{3-}$ , в котором лигандами являются ионы трехосновной лимонной кислоты  $(\text{CH}_2)_2\text{C}(\text{OH})(\text{COO})_3^{3-}$ , медь – в аммиачный комплекс  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ .

Катионообменную смолу КУ-2-8 переводят в  $\text{NH}_4^+$ -форму. Катионы  $\text{NH}_4^+$  ионообменной смолы замещаются на комплексные катионы  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ , а анионный комплекс железа не взаимодействует с катионитом.

Таким образом, при пропускании через катионит раствора, содержащего смесь комплексов железа(III) и меди(II), анионный комплекс железа будет не задерживаясь «проходить» через колонку, а катионный комплекс меди будет удерживаться смолой. Для удаления меди со смолы через колонку пропускают раствор соляной кислоты. Этот метод успешно применяется как для разделения сравнимых количеств меди и железа, так и для разделения этих элементов при соотношении 1 : 100.

##### *Приготовление смеси для разделения*

Предварительно приготовить по 50 мл исходных растворов: 0,02 М  $\text{FeCl}_3$  и 0,03 М  $\text{CuSO}_4$ . В стакан объемом 100 мл налить 10 мл раствора  $\text{FeCl}_3$  и 20 мл раствора  $\text{CuSO}_4$ , смесь перемешать стеклянной палочкой. К полученному раствору добавить 2,5 мл 20 %-го раствора лимонной кислоты, 5 мл 10 %-го раствора аммиака и тщательно перемешать стеклянной палочкой.

##### *Перевод катионита в $\text{NH}_4^+$ -форму*

Колонку, содержащую катионообменную смолу в  $\text{H}^+$ -форме, промыть 20 мл воды, пропуская воду через смолу со скоростью 5 мл/мин. Затем через смолу пропустить 10 %-ный раствор аммиака со скоростью 5 мл/мин до тех пор, пока pH раствора на выходе из колонки не будет равен pH 10 %-го раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге.

##### *Хроматографическое разделение*

Через колонку, содержащую катионит в  $\text{NH}_4^+$ -форме, пропустить приготовленную смесь со скоростью 2 мл/мин. После пропускания почти всего раствора оставить над смолой слой жидкости 1–2 см. Затем колонку промыть 3 %-ым раствором аммиака до отрицательной реакции на  $\text{Fe}^{3+}$ .

Качественную реакцию на  $\text{Fe}^{3+}$  проводят следующим образом. К 3–4 каплям анализируемого раствора в пробирке добавить столько же

15 %-го раствора соляной кислоты для разрушения цитратного комплекса железа и 2–3 капли раствора роданида калия или аммония. При отрицательной реакции на ионы  $\text{Fe}^{3+}$  раствор не окрашивается в красный цвет, обусловленный присутствием комплексов  $\text{Fe(III)}$  с роданид-ионами.

Для удаления меди из смолы сначала пропустить через колонку 15–20 мл воды со скоростью 5 мл/мин, а затем 15 %-ый раствор соляной кислоты до отрицательной качественной реакции на ионы  $\text{Cu}^{2+}$  с  $\text{K}_4[\text{Fe(CN)}_6]$ .

Качественную реакцию на ионы  $\text{Cu}^{2+}$  проводят следующим образом. К 3–4 каплям анализируемого раствора в пробирке добавить 2–3 капли раствора желтой кровяной соли. При отрицательной реакции на  $\text{Cu}^{2+}$  в растворе не образуется красно-бурый осадок  $\text{Cu}_2[\text{Fe(CN)}_6]$ .

После окончания работы колонку промыть 3–4 раза водой, оставив над смолой после последнего промывания слой жидкости 1–2 см.

### **Вопросы**

1. В чем заключается принцип хроматографического разделения солей металлов на катионнообменной смоле?

2. Для чего при хроматографическом разделении смеси солей железа(III) и меди(II) катион  $\text{Fe}^{3+}$  переводят в комплекс с лимонной кислотой?

3. Напишите уравнения качественных реакций, которые используются для определения полноты хроматографического извлечения ионов металлов.

## **4.4.2. Разделение солей цинка и железа(III)**

### *Приготовление смеси для разделения*

Предварительно приготовить по 50 мл исходных растворов: 0,05 М  $\text{ZnCl}_2$  и 0,1 М  $\text{FeCl}_3$ . В стакан объемом 50 мл налить 10 мл раствора  $\text{ZnCl}_2$  и 10 мл раствора  $\text{FeCl}_3$ . Раствор тщательно перемешать стеклянной палочкой.

### *Хроматографическое разделение*

Через колонку, содержащую катионит в  $\text{H}^+$ -форме, пропустить приготовленную смесь со скоростью 2 мл/мин. Затем промыть смолу 20 мл воды. После пропускания почти всей воды оставить над смолой слой жидкости 1–2 см.

Для извлечения ионов цинка пропустить через колонку 50 мл 10 %-го раствора гидроксида натрия. Для проверки полноты извлечения ионов цинка из катионита к 2–3 каплям раствора, вытекающего из колонки, добавить 5–6 капель 4 М раствора соляной кислоты и 1–2 капли раствора  $\text{K}_4[\text{Fe(CN)}_6]$ . В присутствии ионов цинка выпадает белый осадок гексацианоферрата(II)

цинка. После извлечения всего цинка смолу промыть ~20 мл воды до нейтрального pH.

Для извлечения ионов железа(III) пропустить через катионит 10 мл горячего (~45 °C) раствора 2 М раствора соляной кислоты. Полноту извлечения железа(III) проверить качественной реакцией с роданидом калия или аммония. Для этого к 3–4 каплям анализируемого раствора в пробирке добавить 2–3 капли раствора роданида калия или аммония. При отрицательной реакции на ионы  $\text{Fe}^{3+}$  раствор не окрашивается в красный цвет, обусловленный присутствием комплексов Fe(III) с роданид-ионами.

После окончания работы колонку промыть водой до нейтральной реакции среды по индикаторной бумаге, оставив над смолой после последнего промывания слой жидкости 1–2 см.

### **Вопросы**

- 1. В чем заключается принцип хроматографического разделения солей металлов на катионнообменной смоле?*
- 2. Напишите уравнения качественных реакций, которые используются для определения полноты хроматографического извлечения ионов металлов.*

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

**УТВЕРЖДАЮ**  
и.о. директора Института  
перспективной инженерии  
канд. техн. наук, доцент  
Порохня А.А.

**ОСНОВЫ ТЕХНОЛОГИИ ОСОБО ЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ**

**Методические указания для обучающихся  
по организации и проведению самостоятельной работы**

Направление подготовки 28.03.02 Наноинженерия  
Направленность (профиль)  
«Нанотехнологии и наноматериалы»

Методические указания составлены с учетом требований Федерального государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования, в соответствии с рабочими учебными планами, рабочими программами дисциплины «Основы технологии особо чистых веществ» для студентов направления подготовки 28.03.02 Наноинженерия направленность (профиль) «Нанотехнологии и наноматериалы», «Диагностика материалов и наносистем в промышленности».

Методические указания содержат тематическое содержание дисциплины, методические указания по изучению дисциплины, задания по разделам дисциплины «Основы технологии особо чистых веществ»

В методических указаниях содержатся рекомендации к выполнению заданий.



Одной из важнейших стратегических задач современной профессиональной школы является формирование профессиональной компетентности будущих бакалавров. Квалификационные характеристики по всем техническим специальностям высшего профессионального образования новых образовательных стандартов третьего поколения содержат такие требования, как умение осуществлять поиск, анализ и оценку информации, необходимой для постановки и решения профессиональных задач, профессионального и личностного развития; использовать информационно-коммуникативные технологии для совершенствования профессиональной деятельности; заниматься самообразованием.

Обозначенные требования к подготовке студентов делают их конкурентоспособными на современном рынке труда.

В этой связи, всё большее значение приобретает самостоятельная работа обучающихся, создающая условия для формирования у них готовности и умения использовать различные средства информации с целью поиска необходимого знания.

#### Цель и задачи освоения дисциплины

Основной целью изучения данной дисциплины является формирование у обучающихся набора профессиональных компетенций ПК-1 и ПК-2, через изучение студентов с основами технологии особо чистых веществ. Освоения дисциплины предполагает изучение простейших способов очистки веществ: декантации, фильтрования, возгонки и перекристаллизации. Дисциплина рассматривает методы летучих соединений, адсорбционные методы, ионный обмен, зонная плавка, разгонка в вакууме и электролитическое рафинирование. Задачи для освоения дисциплины: необходимо изучить методы разделения и технологические схемы очистки, задачу разработки оптимальной схемы разделения для веществ, обладающих близкими физико-химическими. Изучить основные методы получения чистых и особо чистых материалов, используемых в нанотехнологиях.

На первом этапе необходимо ознакомиться с рабочей программой дисциплины, в которой рассмотрено содержание тем дисциплины лекционного курса, взаимосвязь тем лекций с практическими работами, темы и виды самостоятельной работы. По каждому виду самостоятельной работы предусмотрены определённые формы отчетности.

#### Работа с литературой

Для успешного освоения дисциплины, необходимо самостоятельно детально изучить представленные темы по рекомендуемым источникам информации:

1. Звеков, А. А. Спектральные методы исследования в химии / А.А. Звеков ; В.А. Невоструев ; А.В. Каленский. - Кемерово : Кемеровский государственный университет, 2015. - 124 с. - ISBN 978-5-8353-1823-0

#### Перечень дополнительной литературы:

1 Каныгина, О. Н. Физические методы исследования веществ : Учебное пособие / Каныгина О. Н. - Оренбург : Оренбургский государственный университет, ЭБС АСВ, 2014. - 141 с. - Книга находится в базовой версии ЭБС IPRbooks.

2 Фарус, О. А. Физические и физико-химические методы анализа : лабораторный практикум / О.А. Фарус ; Г.И. Якушева. - М.|Берлин : Директ-Медиа, 2015. - 78 с. - ISBN 978-5-4475-5682-2

Перечень учебно-методического обеспечения самостоятельной работы обучающихся по дисциплине (модулю)

1. Ясная М. А. Основы диагностики особо чистых веществ: методические указания к проведению лабораторных работ (электронная версия)

2 Синельников, Б. М. Физика и технология люминофоров : учеб. пособие для студ. вузов по спец. "Химическая технология монокристаллов, материалов и изделий электронной техники" / Б. М. Синельников ; М-во образования Рос. Федерации, Сев.-Кавказ. гос. техн. ун-т, Ч.1, Физика процессов люминесценции. - Ставрополь : СевКавГТУ, 2004. - 103 с.

3 Синельников, Б. М. Электролюминофоры постоянного тока / Б. М. Синельников ; под ред. В. В. Чеканов. - Ставрополь : АО Пресса, 1996. - 150 с. : ил. - Библиогр.: с.203-224. - ISBN 5-7507-0214-6

4 Ясная М. А. Основы диагностики особо чистых веществ: методические указания к самостоятельной работе студента (электронная версия)

1) Подготовка к лекционным занятиям: изучение теоретического материала, выявление основных законов, уравнений и соотношений, используемых при получении основных законов по указанной теме;

2) Подготовка к практическим занятиям: изучение теоретического материала, выявление основных законов, уравнений и соотношений, используемых при решении задач по указанной теме; решение разноуровневых задач по теме, входящих в обязательное домашнее задание.

3) Подготовка к лабораторным занятиям: изучение теоретического материала, ознакомление с методикой и порядком выполнения лабораторных работ, выполнение расчетов и обработка экспериментальных данных, оформление отчетов по выполняемой лабораторной работе;

4) Самостоятельное изучение тем: изучение теоретического материала, подготовка письменного обзора по темам, выносимым на самостоятельное изучение.

Подготовленный обзор студенты предоставляют в виде сообщения на обсуждение, проводимого в рамках изучения дисциплины;

В процессе изучения дисциплины по темам, вынесенным на самостоятельное изучение, студенты должны подготовить обзор, пользуясь научной литературой, учебниками, учебными пособиями, а также возможно использовать материалы электронных ресурсов сети "Интернет".

Самостоятельная работа с книгой может быть успешной, если текст не только прочитан, но и законспектирован. Существует несколько **форм записей**, но любая форма записи не даст нужного результата, если не будет пробуждать

мысли того, кто ее ведет, если отсутствует активная работа ума и формирование своих выводов из прочитанного.

Выбор формы записи зависит от индивидуальных особенностей человека, его образованности и опыта. При этом не меньшую роль играет назначение записей, то есть то, какие задачи ставит перед собой человек (для самообразования, для выступления на семинаре, для использования в будущем).

Введение записей мобилизует наряду со зрительной памятью, также и моторную память. Кроме того, у человека, систематически ведущего записи изучаемой литературы, создается свой фонд материалов для быстрого повторения и мобилизации накопленных знаний.

Все записи должны быть убористыми и компактными. Интервалы между строками должны быть достаточными, чтобы вписывать дополнения. Рекомендуется вести записи ручкой, а карандашом или ручкой другого цвета пользоваться для отметок и выделений при последующей работе. Полезно также датировать записи.

*Записи могут носить различный характер: план, выписки, тезисы, аннотирование, конспектирование, реферирование.*

**1. План** - наиболее краткая формой записи.. Это перечень вопросов, рассматриваемых в книге или статье. План обычно раскрывает структуру произведения, логику автора, способствует лучшей ориентации в содержании.

Так, составленным планом можно воспользоваться, чтобы вспомнить прочитанное или быстро отыскать в книге нужное место. Представление об основных пунктах плана дает оглавление книги, поэтому во многих случаях наименования глав и разделов можно использовать в качестве пунктов. Составление плана приучает логически мыслить, вырабатывать умение сжато и последовательно излагать суть вопроса в письменной и устной форме.

Существует два способа составления плана: работа над ним по ходу чтения и составление плана после ознакомления с произведением. При этом план получается более последовательным и стройным.

Трудность составления плана состоит в том, что надо выяснить для себя, прежде всего, построение изучаемого текста, ход мыслей автора и лишь затем изложить содержание работы кратко и ясно. При всей своей краткости план дает представление о содержании прочитанного. Следует учесть, что форма плана не исключает цитирования отдельных мест и обобщений. Различают простой и развернутый план. В отличие от простого плана развернутый план не только содержит перечисление вопросов, но и раскрывает основные идеи произведения, может включать выдержки из него, схемы, таблицы. Планом, особенно развернутым, необходимо пользоваться при написании выступления или статьи.

В целом развернутый план дает гораздо большее представление о произведении, его основных идеях, задачах, которые в нем решаются. Он может включать положения, замечания, собственные мысли студента.

Важно знать, что составление планов помогает вырабатывать способность к отвлеченному, абстрактному мышлению, но наибольшую пользу составление плана даст подготовленным лицам, которые бывают достаточно лишь взглянуть на перечень основных вопросов, чтобы воспроизвести содержание прочитанного.

**2. Тезисы** – более сложная и совершенная форма записи, чем составление плана.

Это сжатое изложение основных мыслей прочитанного произведения или подготовляемого выступления. Особенностью тезисов является их утвердительный характер.

В них сосредотачивается самое главное, только выводы и обобщения, в них меньше доказательств, иллюстрации и пояснений. Тезисы не должны повторять дословно текст, но в ряде мест могут быть близки к нему, воспроизводя некоторые характерные выражения автора, важные для понимания хода его мыслей. Составление тезисов помогает глубже понять основные идеи произведения, выделить главное в нем; приучают сжато, точно и четко сформулировать свои мысли, повышает культуру речи и письма. При

составлении тезисов учитывают следующее. Прежде всего, если произведение небольшое, необходимо внимательно изучать его в целом, если большое – изучать по главам и разделам. Затем, когда будут ясны основные идеи, кратко и последовательно излагать их в виде пунктов.

Различают простые и сложные, развернутые тезисы. Если записывают только утверждение чего – либо, такой тезис называют простым, а сложным тезисом будет выражение главной мысли, содержащее, кроме утверждения, еще и краткое ее доказательство.

Часто тезисы формулируются самим автором как выводы и обобщения в заключении книги или разделах книги. Нередко тезисы выделяются в тексте другим шрифтом.

Рекомендуется делать тезисные записи своими словами, причем можно записывать один абзац за другим, учитывая смысловую связь между ними. Но в большинстве случаев следует составлять сводный тезис, сложный по форме. При этом объединяется несколько утверждений, тесно связанных между собой.

Тезисы по содержанию очень близки к **конспекту**, но конспект носит более описательный характер, и его положения не столь категоричны, как в тезисах. Кроме того, конспект представляет собой более полную форму записи.

Следует отметить, что различие между формами записей условно, но в любой форме запись – важнейшая часть самостоятельной работы с книгой.

**3. Выписки.** Это записи текста из книги: теоретических положений, статистических данных, имеющих по мнению читателя важное значение.

Достоинство выписок состоит в точности воспроизведения текста книги, удобстве пользования записями при последующей работе, в накоплении обобщений и фактического материала. Выписки полезны для повторения, освежения в памяти прочитанного, для быстрой мобилизации своих знаний, когда необходимо в короткий срок вспомнить материал. Выписки выделяют из текста самое главное и тем самым помогают глубже понять его. Без них трудно обойтись при подготовке доклада, реферата, выступления. Выписки следует рассматривать как составную часть тезисов и конспектов.

Выписывать текст можно и по ходу чтения и после его завершения. В последнем случае надо замечать места, которые потом будут выписаны. Необходимо каждую выписку снабжать ссылкой на источник с указанием соответствующей станицы. Это нужно, чтобы в последствии можно было быстро найти в книге соответствующее место. Целесообразно выписывать из текста только такие места, в которых содержится самое главное, суть вопроса. Выписки должны быть ориентированы на изучение произведения в целом, а не отдельных мест, поскольку положения, вырванные из общего контакта, понимаются нередко совсем не так, как этого хотел автор. Иначе говоря, отдельно взятые, лишенные пояснений выдержки могут быть не поняты или поняты неправильно.

Выписки бывают дословные (цитаты) и «свободные», когда мысли автора излагаются своими словами. Следует учесть, что большие отрывки, которые трудно цитировать, целесообразнее в краткой форме переложить своими словами, но «яркие» и важные места лучше выписывать дословно. Каждую цитату следует заключать в кавычки. Если ее берут из середины предложения, то после вводных кавычек ставят три точки. Ставят их и в конце цитаты, если из предложения опущены последние слова.

Следует знать, что какого-либо единого метода выписок, годного для всех случаев, не существует, поскольку у каждого человека свои особенности мышления и восприятия, свой подход к теме. Все это влияет на содержание и характер выписок.

Выписки рекомендуется хранить в картотеке, конвертах или папках, на которых следует обозначить общую тему.

**4. Аннотация** – еще одна форма записи, являющаяся кратким обобщением содержания книги. Ею удобно пользоваться, если имеется намерение вернуться к изучаемому произведению. Аннотация может быть необходима и для того, чтобы не забыть о нем.

Для составления аннотации надо сначала полностью прочитать и глубоко продумать произведение. При всей своей краткости аннотация может

содержать отдельные фрагменты авторского текста, а не только оценку книги или статьи.

**5. Резюме** очень близко к аннотации. Это запись, являющаяся краткой оценкой прочитанного материала. Различие между ними состоит в том, что аннотация сжато характеризует произведение в целом, а резюме концентрирует внимание на его выводах, главных итогах.

**6. Конспект** – наиболее совершенная и наиболее сложная форма записи. Слово «конспект» происходит от латинского «conspectus», что означает «обзор, изложение». В правильно составленном конспекте обычно выделено самое основное в изучаемом тексте, сосредоточено внимание на наиболее существенном, в кратких и четких формулировках обобщены важные теоретические положения.

Конспект представляет собой относительно подробное, последовательное изложение содержания прочитанного. На первых порах целесообразно в записях ближе держаться тексту, прибегая зачастую к прямому цитированию автора. В дальнейшем, по мере выработки навыков конспектирования, записи будут носить более свободный и сжатый характер.

Конспект книги обычно ведется в тетради. В самом начале конспекта указывается фамилия автора, полное название произведения, издательство, год и место издания. При цитировании обязательная ссылка на страницу книги. Если цитата взята из собрания сочинений, то необходимо указать соответствующий том. Следует помнить, что четкая ссылка на источник – неременное правило конспектирования. Если конспектируется статья, то указывается, где и когда она была напечатана.

Конспект подразделяется на части в соответствии с заранее продуманным планом. Пункты плана записываются в тексте или на полях конспекта. Писать его рекомендуется четко и разборчиво, так как небрежная запись с течением времени становится малопонятной для ее автора. Существует правило: конспект, составленный для себя, должен быть по возможности написан так, чтобы его легко прочитал и кто-либо другой.



Формы конспекта могут быть разными и зависят от его целевого назначения (изучение материала в целом или под определенным углом зрения, подготовка к докладу, выступлению на занятии и т.д.), а также от характера произведения (монография, статья, документ и т.п.). Если речь идет просто об изложении содержания работы, текст конспекта может быть сплошным, с выделением особо важных положений подчеркиванием или различными значками.

В случае, когда не ограничиваются переложением содержания, а фиксируют в конспекте и свои собственные суждения по данному вопросу или дополняют конспект соответствующими материалами их других источников, следует отводить место для такого рода записей. Рекомендуется разделить страницы тетради пополам по вертикали и в левой части вести конспект произведения, а в правой свои дополнительные записи, совмещая их по содержанию.

Конспектирование в большей мере, чем другие виды записей, помогает вырабатывать навыки правильного изложения в письменной форме важные теоретических и практических вопросов, умение четко их формулировать и ясно излагать своими словами.

Таким образом, составление конспекта требует вдумчивой работы, затраты времени и труда. Зато во время конспектирования приобретаются знания, создается фонд записей.

Конспект может быть текстуальным или тематическим. В **текстуальном конспекте** сохраняется логика и структура изучаемого произведения, а запись ведется в соответствии с расположением материала в книге. За основу тематического конспекта берется не план произведения, а содержание какой-либо темы или проблемы.

Текстуальный конспект желательно начинать после того, как вся книга прочитана и продумана, но это, к сожалению, не всегда возможно. В первую очередь необходимо составить план произведения письменно или мысленно, поскольку в соответствии с этим планом строится дальнейшая работа. Конспект

включает в себя тезисы, которые составляют его основу. Но, в отличие от тезисов, конспект содержит краткую запись не только выводов, но и доказательств, вплоть до фактического материала. Иначе говоря, конспект – это расширенные тезисы, дополненные рассуждениями и доказательствами, мыслями и соображениями составителя записи.

Как правило, конспект включает в себя и выписки, но в него могут войти отдельные места, цитируемые дословно, а также факты, примеры, цифры, таблицы и схемы, взятые из книги. Следует помнить, что работа над конспектом только тогда будет творческой, когда она не ограничена текстом изучаемого произведения. Нужно дополнять конспект данными из другими источниками.

В конспекте необходимо выделять отдельные места текста в зависимости от их значимости. Можно пользоваться различными способами: подчеркиваниями, вопросительными и восклицательными знаками, репликами, краткими оценками, писать на полях своих конспектов слова: «важно», «очень важно», «верно», «характерно».

В конспект могут помещаться диаграммы, схемы, таблицы, которые придадут ему наглядность.

Составлению **тематического конспекта** предшествует тщательное изучение всей литературы, подобранной для раскрытия данной темы. Бывает, что какая-либо тема рассматривается в нескольких главах или в разных местах книги. А в конспекте весь материал, относящийся к теме, будет сосредоточен в одном месте. В плане конспекта рекомендуется делать пометки, к каким источникам (вплоть до страницы) придется обратиться для раскрытия вопросов. Тематический конспект составляется обычно для того, чтобы глубже изучить определенный вопрос, подготовиться к докладу, лекции или выступлению на семинарском занятии. Такой конспект по содержанию приближается к реферату, докладу по избранной теме, особенно если включает и собственный вклад в изучение проблемы.

Следующим методом самостоятельной работы с книгой является **реферирование** на определенную тему. Слово реферат употребляется в двух различных значениях:

1. Краткое изложение содержания книги, научной работы;
2. Доклад за заданную тему на основе критического образа литературных источников.

**7. Реферат** – это один из самых сложных видов самостоятельной работы с книгой, а для этого следует овладеть более простыми приемами работы – разработкой плана, составлением тезисов и конспектов. Подготовка реферата и выступление с его изложением углубляет знания, расширяет кругозор, приучает логически, творчески мыслить, развивать культуру речи.

При просмотре литературы намечается ориентировочный план реферата, в который включается обычно 3-4 основных вопроса или раздела. Каждом из разделов формулируются подвопросы, помогающие последовательно раскрыть содержание проблемы.

В процессе изучения материала формулировки подвопросов и разделов обычно уточняются. При реферировании следует делать выписки, записывать мысли, возникающие при чтении; следует также точно записывать и определения тех понятий, которые будут использованы в реферате. Из прочитанной литературы нужно заимствовать не буквальный текст, а важнейшие мысли, идеи, теоретические положения; можно цитировать небольшие отрывки, приводить диаграммы, схемы, чертежи, но главное – высказывать собственные соображения по вопросам реферата. Приведенные выше советы следует рассматривать как примерные, предполагающие и другие подходы, поскольку у каждого человека вырабатываются свои приемы и навыки составления рефератов. Большую помощь в работе над рефератом оказывают предисловия к монографиям и сборникам. В них можно найти сведения о цели издания, а также о существующих пробелах в исследовании.

При разработке плана реферата важно учитывать, чтобы каждый его пункт раскрывал одну из сторон избранной темы, а все пункты в совокупности

охватывали тему целиком. Различают несколько композиционных решений реферата: во-первых, хронологическое, когда тема раскрывается в исторической последовательности; во-вторых, описательное, при котором тема расчленяется на составные части, в целом раскрывающие определенное явление; в-третьих, аналитическое, когда тема исследуется в ее причинно-следственных связях и взаимозависимых проблемах. Важно следить за тем, чтобы каждый пункт плана был соотнесен с главной темой и не содержал повторения в других пунктах. Важными разделами реферата является вступление и заключение. Во вступлении надо обосновать актуальность темы, обозначить круг составляющих ее проблем, четко и кратко определить задачу своей работы. В заключении делаются краткие выводы, подводятся итоги. В конце реферата должен быть приложен список литературы.

**Поиск информации в Интернете** лучше всего начинать с работы в **Интернет-каталоге**.

Один из наиболее полных и хорошо систематизированных каталогов в русскоязычном секторе Интернета находится на сайте [www.aport.ru](http://www.aport.ru). Есть много других Интернет-каталогов: [www.yandex.ru](http://www.yandex.ru), [www.list.ru](http://www.list.ru), [www.rambler.ru](http://www.rambler.ru) (русскоязычные), [www.altavista.com](http://www.altavista.com) (англоязычный) и др. Выбор каталога зависит от вкусов пользователя, степени проработанности его тематической структуры, скорости доступа к ресурсам каталога и т.д. Также при изучении узкоспециализированных вопросов продвинутого уровня можно воспользоваться электронной библиотекой [elibrary.ru](http://elibrary.ru).

2. Чтобы попасть на эту страничку, вам надо вписать URL(адрес) данного сайта в адресную строку вашего Интернет-обозревателя (браузера), которая находится в верхней части окна.

3. Перед вами откроется главная страница поисковой системы, например «Апорт».

4. Находим на этой странице ссылку на подкаталог «Наука и образование» и кликаем на ней мышью. Теперь мы попадаем на следующую

страницу каталога, где пользователю предлагается выбрать интересующую его рубрику.

5. Ищем на этой странице ссылку на рубрики. Кликаем на нее. Загружается следующая страница, на которой будут ссылки на подрубрики. Под списком рубрик появятся ссылки на конкретные Интернет-ресурсы. Вы выбираете интересующий вас ресурс (при этом можно пользоваться краткой аннотацией, рейтингом популярности сайта, информацией о времени его последнего обновления) и кликаете на его ссылке. Откроется новое окно браузера, в которое будет загружен выбранный вами сайт.

Помимо **тематического поиска** в любом Интернет-каталоге есть **контекстный поиск**.

<http://nanodigest.ru> – энциклопедия нанотехнологий

<http://www.nanometer.ru> – сайт нанотехнологического сообщества России

<http://www.nanonewsnet.ru> – сайт о нанотехнологии № 1 в России

<http://www.nanorf.ru> – Российский электронный наножурнал

<http://www.portalnano.ru> – Федеральный интернет-портал о нанотехнологии и наноматериалах

Список рекомендуемой литературы:

Основная литература:

1. Авров, Д.Д., Александрова, О.А., Лебедев, А.О., Мареева, Е.В.. Т38  
Технология материалов микроэлектроники: методы разделения и очистки: учеб.  
пособие. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2020. 204 с.

1. Орликов, Л.Н. Технология материалов и изделий электронной техники :  
учебное пособие [Электронный ресурс] / Л.Н. Орликов. - Томск : Томский  
государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 2012. -  
Ч. 1. - 98 с. - URL:<http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=209014>

Дополнительная литература:

2. Роцин, В.М. Технология материалов микро-, опто- и наноэлектроники.  
Учебное пособие. В двух частях [Электронный ресурс] / В.М. Роцин, М.В.  
Сибиллин. - 2-е изд. (эл.). - М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. - Ч. вторая.

- 184 с. - ISBN 978-5-9963-1471-3. - URL:  
<http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=222700>

3. Соколов, И. А. Расчеты процессов полупроводниковой технологии. / И. А. Соколов – М.: Металлургия, 1994. – 175с.

4. Шишлянников, Б. М. Физическая химия материалов и процессов электронной техники: Учебное пособие. / Б. М. Шишлянников НовГУ им. Ярослава Мудрого. – Новгород, 2004. – 117с.

5. Синельников, Б. М. Физико-химические основы легированных полупроводников. / Учебное пособие Б. М. Синельников, В. А. Евсеев – Ставрополь: Сев-КавГТУ, 2000г. – 51с.

6. Достанко, А. П., Пикуль М. И., Хмыль А. А. Технология производства ЭВМ. - М.: Высшая школа, 1994.

7. Один, С. И. Технология и оборудование для производства полупроводниковых и диэлектрических материалов, приборов электронной техники / учебное пособие для студентов высших учебных заведений / С. И. Один – Томск: ТГТУ, 2008. – 210с.

8. Визер, Л. Н. Технология элементов электронной техники: учебное пособие (курс лекций) / Л. Н. Визер. – Ставрополь: СевКавГТУ, 2008. – 164 с.

9. Синельников Б.М. Технология синтеза монокристаллов, Ставрополь, СевКавГТУ, 2006 г.

10. Х.С. Багдасаров. Высокотемпературная кристаллизация из расплава. М.:ФИЗМАТЛИТ, 2004 г.

11 <http://www.chem.msu.ru> - сайт библиотеки химического факультета Московского государственного университета

12 <http://lib.muctr.ru> - сайт Информационно-библиотечного центра Российского химико-технологического университета им. Д.И.Менделеева

13 <http://library.spbu.ru> – сайт научной библиотеки им. М.Горького Санкт-Петербургского государственного университета