

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ ТА НАУКИ УКРАЇНИ
КАРПАТСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ВАСИЛЯ СТЕФАНІКА
КАФЕДРА ХІМІЇ СЕРЕДОВИЩА ТА ХІМІЧНОЇ ОСВІТИ**

**ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ З
ОСНОВ ХІМІЧНОЇ ТЕХНОЛОГІЇ**

Навчально-методичний посібник

(для студентів спеціальності
«014.06 Середня освіта Хімія»)

Івано-Франківськ, 2025

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ ТА НАУКИ УКРАЇНИ
КАРПАТСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ВАСИЛЯ СТЕФАНІКА
КАФЕДРА ХІМІЇ СЕРЕДОВИЩА ТА ХІМІЧНОЇ ОСВІТИ**

**ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ З
ОСНОВ ХІМІЧНОЇ ТЕХНОЛОГІЇ**

Навчально-методичний посібник

(для студентів спеціальності

«014.06 Середня освіта Хімія»)

Івано-Франківськ, 2025

УДК 54:66(076.5)

Рекомендовано до друку Вченою радою факультету природничих наук (протокол № 8 від 22 квітня 2025 р.)

Лабораторний практикум з основ хімічної технології: навч.-метод. посібник / уклад. М.П.Матківський, Т.М.Тарас, В.О.Шендерюк. Івано-Франківськ: Карп. НУ імені Василя Стефаника, 2025. 70 с.

Укладачі: *М.П.Матківський*, кандидат технічних наук, доцент;
Т.М.Тарас, кандидат хімічних наук, доцент;
В.О.Шендерюк, магістр, інженер кафедри хімії середовища та хімічної освіти.

Рецензенти: *Г.М. Грицуляк*, доктор сільськогосподарських наук, завідувачка кафедри технологій захисту навколишнього середовища та безпеки праці Івано-Франківського національного університету нафти і газу;
С.А Курта, доктор технічних наук, професор кафедри хімії Карпатського національного університету ім. Василя Стефаника.

Навчально-методичний посібник включає комплект лабораторних робіт з основ хімічної технології неорганічних і органічних речовин. Кожна робота містить теоретичну частину, методики роботи, експериментальні завдання та контрольні запитання для самостійної підготовки до захисту лабораторних робіт. Частина робіт має розрахунковий характер для ознайомлення здобувачів з основами моделювання хіміко-технологічних процесів. У посібнику наведені вимоги до оформлення звіту, правила роботи у хімічній лабораторії та заходи безпеки.

Навчально-методичний посібник призначено для студентів СО «Бакалавр» спеціальності «Середня освіта (хімія)» закладів вищої освіти. Посібник може бути корисним для аспірантів, викладачів та науковців.

© Матківський М.П., 2025

© Тарас Т.М., 2025

© Шендерюк В.О., 2025

© КНУ імені Василя Стефаника, 2025

ЗМІСТ

ВСТУП	5
ВИМОГИ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЗВІТУ З ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ	7
ЗАГАЛЬНІ ПРАВИЛА РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ	7
ЗАХОДИ БЕЗПЕКИ	9
Лабораторна робота № 1	13
Матеріальний баланс хіміко-технологічної системи	13
Лабораторна робота №2 Очистка технічних солей	19
Лабораторна робота №3 Одержання сполук міді	27
Лабораторна робота № 4	32
Визначення вмісту йонів кальцію і магнію у воді	32
Лабораторна робота №5	36
Одержання натрій гідроксиду каустифікацією содового розчину	36
Лабораторна робота № 6 Синтези органічних речовин	45
I. Синтез формальдегідних смол	45
II. Отримання бромостану	46
III. Отримання оцтової кислоти	48
Лабораторна робота № 7 Омилення і гідроліз	50
I. Отримання мила	50
II. Визначення вмісту жирних кислот в милі	53
Лабораторна робота № 8	55
Визначення йодного числа у нафтопродуктах	55
Лабораторна робота № 9 Добування кофеїну з чаю	59
ЗРАЗОК ОФОРМЛЕННЯ РОБОТИ	63
Перекристалізація щавлевої кислоти	63
РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА	70

ВСТУП

Хімічна технологія (англ. *chemical technology*) – прикладна наука, що вивчає способи та процеси виробництва продуктів (предметів споживання та засобів виробництва), що відбуваються за участю хімічних перетворень технічно, економічно та соціально доцільним шляхом.

Предметом вивчення хімічної технології як науки є хімічне виробництво, метою вивчення – створення доцільного способу необхідних продуктів. Хімічна технологія використовує експериментальний метод дослідження та знання з різних розділів хімії (загальної, неорганічної, органічної, фізичної та інших), фізики, механіки, економіки тощо, оскільки вона базується на встановленні взаємодії багатьох явищ. Методи хімічної технології широко використовуються і в нехімічних галузях промисловості – металургії, енергетиці, будівництві, електроніці, транспорті та ін.

Сукупність основних факторів (параметрів), які впливають на швидкість процесу, вихід і якість продукту називають технологічним режимом. Для більшості хіміко-технологічних процесів основними параметрами режиму є температура, тиск, застосування каталізаторів і їх активність, концентрація взаємодіючих речовин, спосіб і ступінь перемішування реагентів. Параметри технологічного режиму визначають принципи конструювання відповідних реакторів. Оптимальному значенню параметрів технологічного режиму відповідає максимальна продуктивність апаратів і продуктивність праці обслуговуючого персоналу. Тому характер і значення параметрів технологічного режиму покладені в основу класифікації хіміко-технологічних процесів. Однак параметрів дуже багато, тому вибирають ті, які мають вирішальний вплив. На конструкцію реакторів і швидкість процесів сильно впливають спосіб і ступінь перемішування реагентів. У свою чергу спосіб та інтенсивність перемішування реагуючих мас залежить від агрегатного стану останніх. Власне агрегатний стан перероблюваних речовин визначає способи їх технологічної переробки і принципи конструювання апаратів. Тому при вивченні загальних закономірностей хімічної технології

прийнято ділити процеси і відповідні їм реактори перш за все по агрегатному (фазовому) стану взаємодіючих речовин.

Вибірковий курс із основ хімічної технології спрямований на засвоєння основних понять щодо теоретичних та експериментальних основ хімічного виробництва. Зміст курсу нерозривно пов'язаний із практичним застосуванням здобутих знань. У лабораторії здобувачі набувають ключових навичок наукового дослідження та експериментального вивчення фізико-хімічних засад технологічних процесів хімічних виробництв. Курс спрямований на підготовку кваліфікованих та конкурентоспроможних фахівців з ґрунтовними теоретичними знаннями і практичними навичками освітньої діяльності, які володіють достатнім обсягом фахових знань в галузі хімії, та розвиток загальних і фахових компетентностей для організації навчально-виховного процесу у загальноосвітніх навчальних закладах. Експериментальні роботи, описані у лабораторному практикумі з основ хімічної технології, виконуються на модельних установках. Поширені виробничі процеси відтворюються у масштабах лабораторії. Завдяки цьому здобувачі у майбутньому матимуть змогу швидко і професійно опанувати промислову апаратуру.

Лабораторний практикум структурований за окремими роботами, розрахованими зазвичай на виконання впродовж 4 академічних годин. Кожна робота містить теоретичні відомості щодо предмета дослідження. Для розрахункових робіт наведено приклади розв'язку теоретичних задач, а для експериментальних – детально описано перебіг виконання роботи і наведено необхідні формули для математичної обробки результатів. У кінці роботи запропоновано контрольні питання для самоперевірки. В посібнику використовувались наменклатура, що прийнята до використання в хімічній технології та торгові назви сполук. Посібник містить рекомендації щодо оформлення робіт з основ хімічної технології і звітування з їх виконання, техніку безпеки та перелік рекомендованої літератури.

ВИМОГИ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЗВІТУ З ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Основне призначення лабораторних робіт – сприяти формуванню у студентів основних понять, законів, теорій, розвитку мислення, самостійності, практичних вмінь і навичок, в тому числі вмінь спостерігати хімічні, фізичні та екологічні явища, виконувати досліди, вимірювання, спілкуватись з матеріалами і приладами, аналізувати результати, робити висновки.

Оформлення звіту по лабораторній роботі складається з наступних етапів:

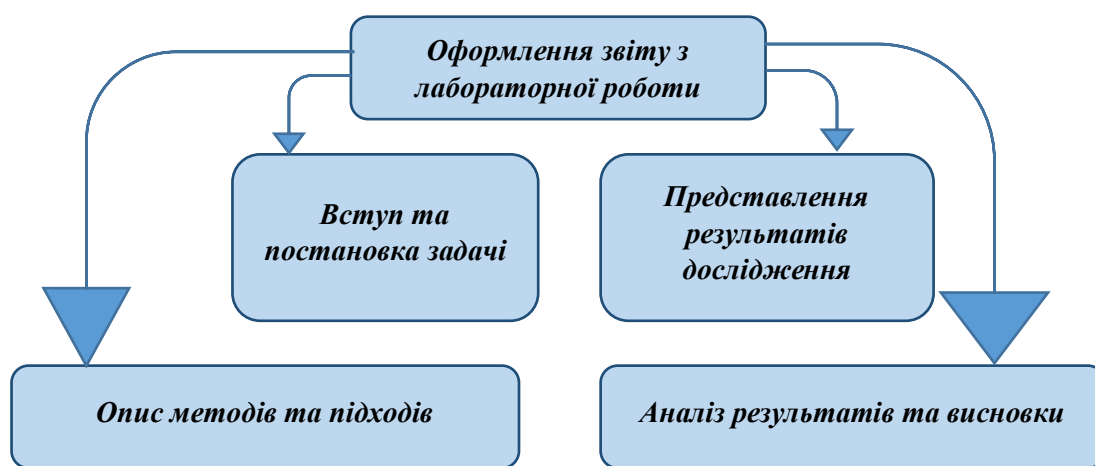


Рис.1. Етапи оформлення лабораторних робіт.

У звіті вказують мету роботи, дають перелік приладів, реактивів та посуду, що застосовується при виконанні лабораторної роботи; складають схеми приладів та устаткування, на якому проводять експеримент; вказують умови, в яких виконувалася робота, описують результати дослідження та рівняння хімічних реакцій.

При аналізі результатів дослідження та формулювання висновків необхідно спиратися на факти та достовірні дані, уникати необґрунтованих тверджень та припущень, які не підтверджуються результатами експерименту. Це може знизити цінність виконаної роботи та погіршити оцінку.

Слід суворо дотримуватись рекомендованою структури лабораторної роботи та дотримуватись правил оформлення тексту, ілюстрацій та таблиць. Також важливо дотримуватись академічний стиль викладу, уникати сленгу, жаргону та

неформальних виразів. Недотримання структури та стилістики може утруднити читання та розуміння вашої роботи, що вплине на оцінку.

Записи або набраний текст повинні бути акуратними, з широким інтервалом між рядками та полями. Рівняння для розрахунків величин, що визначаються в досліді, наводять у загальному вигляді та з підставленими даними. Звіт закінчується висновками та відповідями на запитання, які були поставлені до кожного досліду і лабораторної роботи.

ЗАГАЛЬНІ ПРАВИЛА РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

З перших днів роботи в лабораторії студент повинен привчити себе до акуратності та уваги, відсутність яких часто буває причиною недостовірності результатів експерименту, а також може привести до нещасних випадків.

Під час роботи в хімічній лабораторії необхідно знати і виконувати наступні правила:

1. Перед приходом на заняття слід ознайомитися з темою за методичним посібником, підручником та конспектом лекцій.
2. Перед виконанням лабораторної роботи потрібно прочитати відповідний опис, підготувати всі прилади та реактиви, необхідні для проведення дослідів, та з'ясувати всі незрозумілі питання у викладача.
3. Потрібно дотримуватися всіх заходів безпеки, що вказані в спеціальній інструкції з техніки безпеки та методичному посібнику.
4. На робочому місці потрібно підтримувати чистоту і порядок, не загромождувати сторонніми предметами. Всі предмети повинні знаходитися в певному порядку, так, щоб було зручно їх брати. Штатив з пробірками та набором реактивів потрібно ставити перед собою, справа від нього залишити вільне місце для лабораторного журналу і методичного посібника.
5. Методичний посібник і книги під час виконання лабораторних робіт потрібно оберігати від попадання на них води і хімічних реактивів. Забороняється ставити склянки з реактивами на книги і зошити.
6. При використанні реактивів необхідно дотримуватися наступних правил:

- під час виконання роботи потрібно користуватися незабрудненими реактивами;
- не можна брати реактиви і крапельні піпетки з інших штативів; при відсутності окремих реактивів і лабораторного обладнання потрібно звернутися до інженера лабораторії;
- склянки з реактивами загального користування повинні знаходитися на означеному місці, їх не можна переносити на робочі столи;
- перш ніж брати реактив з полицки, потрібно уважно прочитати етикетку з назвою реактиву, після виконання дослідів повернути реактив на те ж місце;
- усі склянки з реактивами потрібно тримати закритими і відкривати їх тільки під час дослідів; закривати не плутаючи корки, оскільки реактиви при цьому забруднюються;
- сухі реактиви слід відбирати чистим шпателем;
- реактиви, що не були використанні в досліді, не можна знову висипати в склянку з чистим реактивом. Їх потрібно передати інженеру лабораторії;
- дорогі та отруйні реактиви (сполуки срібла, ртуті та ін.) після проведення дослідів не можна виливати в раковину, їх потрібно зливати в окремі склянки.

7. Без дозволу викладача не можна виконувати дослідів, яких немає у відповідному посібнику.

ЗАХОДИ БЕЗПЕКИ

1. Усі роботи з отруйними речовинами, речовинами, що мають сильний запах, а також з кислотами, що випаровуються, і кислими розчинами потрібно проводити у витяжній шафі. При виконанні дослідів потрібно використовувати тільки розчини з вказаною концентрацією і дотримуватися рекомендованого дозування.

2. Дослідів з легкозаймистими рідинами слід проводити у витяжній шафі. Категорично забороняється використання відкритого вогню або електронагрівальних приладів з відкритою спіраллю.

3. Розжарені предмети потрібно ставити тільки на азбестовий картон.
4. Під час нагрівання розчинів в пробірці потрібно користуватися пробіркотримачем, спрямовуючий отвір пробірки у протилежний від студента та його сусіда напрямок.
5. Не слід нахилятися над киплячою рідиною або речовинами, що можуть розплавлятися, для запобігання попадання речовини в обличчя.
6. Запах речовин слід визначати обережно, не нахилиючись над пробіркою і не вдихаючи на повні груди. Направляти пару речовини необхідно легким рухом руки.
7. Під час розбавлення кислот, особливо сірчаної (сульфатної), кислоту потрібно вливати обережно, невеликими порціями, до води, а не навпаки.
8. Якщо під час роботи кислота або луг потрапили на тіло, потрібно змити їх сильним потоком води і звернутися до лаборанта або викладача за допомогою.
9. У лабораторії категорично забороняється палити або споживати їжу.
10. Не можна кидати у водопровідні раковини папір, бите скло, залишки металів.
11. Всі досліді необхідно проводити з використанням захисних окулярів.
12. У лабораторії категорично забороняється:
 - працювати без халата чи залишатися одному в лабораторії,
 - залишати лабораторію без дозволу викладача;
 - пробувати на смак хімічні реактиви, допускати їх контакти зі шкірою;
 - залишати відкритими шкідливі хімічні речовини і зберігати в столі речовини без відповідного надпису;
 - брати для роботи реактиви невідомого походження, проводити синтези в забрудненому хімічному посуді;
 - працювати у витяжній шафі з повністю піднятими дверцятами, просувати голову до витяжної шафи;
 - виливати в раковину концентровані розчини кислот і лугів, а також органічні розчинники, сильно пахучі й вогнєнебезпечні речовини та їх розчини;

- зтягувати ротом у піпетки органічні і неорганічні сполуки та їх розчини.

13. Працювати треба у халаті, який застібається спереду.

14. Кожен студент повинен працювати на закріпленому за ним робочому місці.

Під час роботи студент не повинен залишати прилад, який працює, без нагляду; ходити без потреби по лабораторії та заважати іншим студентам виконувати роботу. У лабораторії треба зберігати тишу, підтримувати чистоту, порядок й дотримуватись усіх правил з техніки безпеки при виконанні роботи. Забороняється займатися в лабораторії сторонньою роботою (читати художню літературу, виконувати завдання з інших дисциплін, розмовляти по телефону). Неакуратність, неуважність і поспіх часто призводять до нещасних випадків з тяжкими наслідками.

15. Кожен студент повинен знати, де розташовані в лабораторії засоби протипожежної безпеки й аптечка, вміти ними користуватися та надавати першу допомогу при нещасних випадках.

16. Перед тим як приступити до роботи студент повинен добре засвоїти техніку виконання лабораторної роботи, вивчити хімічні й токсичні властивості вихідних речовин, розчинників та речовини, яку синтезують, або з якими речовинами працюють.

17. Перед синтезом слід перевірити працездатність приладу (герметичність, наявність води в холодильнику тощо). У процесі синтезу чітко виконувати методику. Слід обережно й акуратно працювати з хімічним посудом і реактивами.

18. Синтез треба проводити тільки в чистому хімічному посуді. Після закінчення роботи студент повинен помити посуд.

Пробірки миють скляною паличкою, на кінці якої є шматок гумової трубки; потім добре промивають водопровідною водою і ополіскують 1-2 рази дистильованою водою. Якщо при звичайному митті забруднення не будуть усунуті, посуд заповнюють хромовою сумішшю (розчин $K_2Cr_2O_7$ в концентрованій сульфатній кислоті) чи гарячим розчином соди і залишають на декілька хвилин. Потім хромову суміш чи розчин соди зливають в ту ж склянку, в якій вони зберігалися, а посуд миють водопровідною водою і ополіскують дистильованою

водою, висушують в сушильній шафі, окрім мірного посуду, або на дошці з кілочками, яка розміщена над раковиною для миття посуду.

19. Працювати слід акуратно, щоб реактиви не потрапляли на шкіру. У разі потреби потрібно негайно змити реактив і при потребі надати першу домедичну допомогу.

20. При змішуванні двох рідин необхідно дотримуватися правила: рідину з більшою густиною вливають в рідину з меншою густиною.

21. В разі нещасного випадку необхідно миттєво звернутися до інженера лабораторії або викладача.

22. У лабораторіях суворо заборонено:

- працювати при несправній вентиляції;
- виконувати будь-які роботи, не пов'язані безпосередньо з виконанням завдань;
- торкатися руками неізольованих проводів;
- працювати без спецодягу;
- шуміти, голосно розмовляти, бігати, робити різкі рухи;
- зберігати особистий одяг і сумки;
- залишати без нагляду працюючі установки, нагрівальні прилади, відкрите полум'я.

23. Студенти зобов'язані виконувати тільки ті досліди, які вказані в інструкції до певної лабораторної роботи чи до певного експерименту.

24. Слід пам'ятати, що під час роботи в хімічній лабораторії є можливими порізи склом, термічні та хімічні опіки, а також інгаляційне ураження парами токсичних речовин.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

Матеріальний баланс хіміко-технологічної системи

Мета роботи: навчитися складати матеріальний баланс хіміко-технологічної системи.

Методика розрахунку

Загальні умови матеріального балансу

Хіміко-технологічний процес розглядається як сукупність перетворень і дій на речовини і потоки, що відбуваються у хімічному виробництві загалом, а також у його окремих частинах і апаратах. Основою розрахунку хіміко-технологічного процесу є його матеріальний баланс.

Матеріальний баланс – співвідношення між кількістю вихідної сировини, матеріалів, напівпродуктів і проміжної продукції, використаних у виробництві, та кількістю фактично отриманої готової продукції, побічних продуктів, відходів і втрат, тобто співвідношення теоретично можливого і практично отриманого виходу готової продукції.

Це співвідношення ілюструється рівнянням матеріального балансу, яке має вигляд:

$$C_1 = (C_2 + C_3 + C_4) + C_5,$$

де C_1 – кількість вихідної сировини; C_2 – кількість готової продукції;

C_3 – кількість побічних продуктів; C_4 – кількість відходів; C_5 – кількість втрат.

Матеріальний баланс лежить в основі регламенту виробництва і дає можливість оцінити рівень організації технологічного процесу, порівняти ефективність його проведення на різних виробництвах, що випускають однойменну продукцію. Тобто чим менша частка в матеріальному балансі різного роду втрат, тим більш правильний процес виробництва. Таким чином, матеріальний баланс характеризує досконалість технологічного процесу, а отже, має велике практичне значення.

Матеріальний баланс складається на підставі проведеного експерименту на одиницю продукції, що випускається, на один виробничий потік або потужність усього виробництва. Для нових виробництв його складають за даними проекту, для

діючих виробництв – за досягнутими показниками роботи в останній рік перед затвердженням регламенту. Його переглядають лише в разі включення в технологічний процес (чи виключення з нього) операцій або стадій, що впливають на витрати сировини чи кількість відходів. Матеріальний баланс може бути поданий як у вигляді алгебраїчного рівняння, так і у формі таблиць надходження й витрат матеріалів, що є характерним для технологічних регламентів виробництва.

У прибутковій частині балансу зазначається кількість матеріалів, уведених у виробництво, а у видатковій частині – кількість отриманих матеріалів і втрат. У підсумку прибуткова і видаткова частини балансу повинні становити однакові суми. Складається матеріальний баланс як для технологічного процесу загалом, так і на кожен окрему стадію або технологічну операцію (постадійний матеріальний баланс). Він може охоплювати всі матеріали (загальний, сумарний баланс) або кожний окремий компонент. Матеріальний баланс складається на одну серію продукції за об'єктивними результатами запропонованого рівня технології виготовлення продукції. Завдяки матеріальному балансу розраховують основні технічні та економічні показники виробництва, такі, як регламентовані норми витрат сировини, матеріалів, напівпродуктів та енергоресурсів на одиницю продукції.

Матеріальний баланс відображає закон збереження маси речовини. Для всіх речовин, що беруть участь у процесі, він може бути представлений рівнянням, ліву частину якого утворює маса вихідних речовин $\Sigma G_{i,\text{вих}}$, а праву – маса отриманих продуктів $\Sigma G_{i,\text{кін}}$:

$$\Sigma G_{i,\text{вих}} = \Sigma G_{i,\text{кін}}. \quad (1.1)$$

Крім балансу за всіма речовинами, використовують баланс за окремими компонентами. Для i -тої речовини:

$$G_{i,\text{вих}} = G_{i,\text{кін}} + \Delta G_{i,\text{пер}}, \quad (1.2)$$

де $G_{i,\text{вих}}$ – маса i -тої речовини, що вступила у процес; $G_{i,\text{кін}}$ – маса i -тої речовини, що залишилась після закінчення процесу; $\Delta G_{i,\text{пер}}$ – маса i -тої речовини, що зазнала перетворень у системі.

Декілька перетворень речовин можуть відбуватись або при перебігу складної реакції (тоді r стосується етапу складної реакції), або внаслідок послідовності перетворень (тоді r стосується чергового перетворення), або внаслідок і того, й іншого.

Форма представлення матеріального балансу

Результати розрахунку матеріального балансу записують у вигляді таблиці (табл. 1). Виходячи з умови збереження маси, цифри у місцях, відмічених знаком □, мають співпадати.

Таблиця 1.

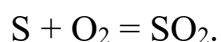
Матеріальний баланс хіміко-технологічної системи

Прибуток (вхід)				Витрата (вихід)			
Речовина	Кількість			Речовина	Кількість		
	кг	м ³	% мас.		кг	м ³	% мас.
A				A (залишок)			
B				B (залишок)			
C							
Всього	□		100	Всього	□		100

Приклад. Скласти матеріальний баланс печі спалювання сірки продуктивністю 2 500 кг/год. Ступінь окиснення сірки 0,95 (уся інша сірка сублімується і згорає поза піччю). Коефіцієнт надлишку повітря 1,5. Розрахунок проводити на продуктивність печі за спалюваною сіркою у кілограмах на годину.

Розв'язання

Процес спалювання сірки здійснюється за рівнянням:



Дано:	Маса окисненої сірки:
$P_s = 2500 \text{ кг/год}$	$G_s^{ок} = G_s X_s = 2\,500 \cdot 0,95 = 2\,375 \text{ кг/год.}$
$X_s = 0,95$	Маса сірки, що не вступила у реакцію:
$\alpha_{повітря} = 1,5$	$G_s^{зал} = G_s(1 - X_s) = 2\,500 \cdot 0,05 = 125 \text{ кг/год.}$

Мат. баланс - ?

Маса кисню, витраченого на реакцію: $G_{O_2^{ок}} = G_{S^{ок}} \cdot 22,4 \cdot 1,5/M_S = 2\,375 \cdot 22,4 \cdot 1,5/32 = 2\,493,75 \text{ м}^3/\text{год}$ або $2\,493,75 \cdot M_{O_2}/22,4 = 3\,562,5 \text{ кг/год}$.

Маса азоту у повітрі:

$G_{N_2} = G_{O_2^{ок}} \cdot \varphi_{N_2}/\varphi_{O_2} = 2\,493,75 \cdot 79/21 = 9\,381,25 \text{ м}^3/\text{год}$ або $9\,381,25 \cdot M_{N_2}/22,4 = 11\,726,6 \text{ кг/год}$.

Маса SO_2 , що утворився:

$G_{SO_2} = G_{S^{ок}} \cdot M_{SO_2}/M_S = 2\,375 \cdot 64/32 = 4\,750 \text{ кг/год}$ або $4\,750 \cdot 22,4/M_{SO_2} = 1\,662,5 \text{ м}^3/\text{год}$.

Маса кисню, що не вступив у реакцію:

$G_{O_2^{зал}} = G_{O_2^{ок}} - G_{S^{ок}} \cdot 22,4/M_S = 2\,493,75 - 2\,375 \cdot 22,4/32 = 831,25 \text{ м}^3/\text{год}$ або $831,25 \cdot M_{O_2}/22,4 = 1\,187,5 \text{ кг/год}$.

Оформлюємо отримані дані у вигляді таблиці.

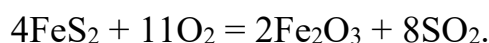
Відповідь:

Прибуток			Витрата		
Речовина	Кількість		Речовина	Кількість	
	кг	м ³		кг	м ³
S	2500	—	S	125	—
Повітря, зокрема:			Повітря, зокрема:		
O ₂	3562,5	2493,75	SO ₂	4750	1662,5
N ₂	11726,6	9381,25	O ₂	1187,5	831,25
			N ₂	11726,6	9381,25
Всього	17789,1	11875	Всього	17789,1	11875

Задачі для самостійної роботи

Варіант 1

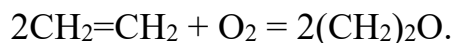
Скласти матеріальний баланс випалювання 1 000 кг залізного колчедану під час стехіометричної подачі повітря:



Колчедан містить пірит – FeS_2 і негорючі домішки. Вміст сульфуру в колчедані – 41 %, а в огарку – 0,5 %.

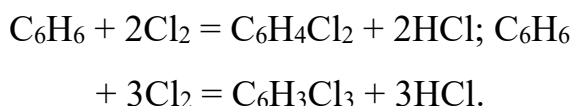
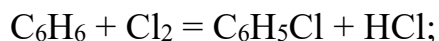
Варіант 2

Скласти матеріальний баланс виробництва оксиду етилену прямим каталітичним окисненням етилену повітрям. Склад вихідної газової суміші – 3 % об. етилену у повітрі. Ступінь окиснення етилену 0,5. Розрахунок вести на 1 т оксиду етилену. Процес описується хімічним рівнянням:



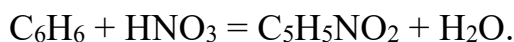
Варіант 3

Скласти матеріальний баланс хлоратора у виробництві 1 т хлорбензолу. Вміст продуктів у масових частках, %: бензол – 65,0; хлорбензол – 32,0; дихлорбензол – 2,5; трихлорбензол – 0,5. Технічний бензол містить 97,5 % мас. C_6H_6 , технічний хлор – 98 % мас. Cl_2 . Процес перебігає через паралельні стадії:



Варіант 4

Скласти матеріальний баланс нітратора продуктивністю 3 т/год нітробензену. Вихід нітробензену становить 98 % від теоретичного. Склад нітруючої суміші, % мас.: нітратна (азотна кислота) – 20; сульфатна (сірчана) кислота – 60; вода – 20. Витрата нітруючої суміші – 4 кг на 1 кг бензолу. Нітрування бензолу здійснюється за реакцією:



Варіант 5

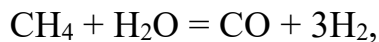
Розрахувати матеріальний баланс виробництва хлору методом електролізу водного розчину хлориду натрію:



Концентрація хлориду натрію у розчині 310 г/л. Ступінь розкладання 50 %. Густина розчину за умов електролізу 1,17 кг/л. Розрахунок проводити на 1000 м³ хлору.

Варіант 6

Скласти матеріальний баланс процесу парової конверсії метану за реакцією:



якщо ступінь перетворення CH_4 дорівнює 0,95, мольне співвідношення вода : метан 3 : 1. Розрахунок проводити на 1 000 м³ вихідної парогазової суміші.

Контрольні питання

1. Яке співвідношення ілюструє рівняння матеріального балансу?
2. Який закон лежить в основі матеріального балансу?
3. Наведіть приклад форми для запису матеріального балансу. Значення у яких комірках мають співпадати?
4. Які речовини записують до витрат у матеріальному балансі?
5. Що таке баланс за окремими компонентами?
6. Чи можна складати матеріальний баланс на кожну окрему стадію або технологічну операцію?
7. У якому випадку переглядають матеріальний баланс?
8. Які показники виробництва чи процесу можна розрахувати завдяки матеріальному балансу?

Лабораторна робота №2

Очистка технічних солей

Мета роботи: навчитися очищувати технічні солі та перекристалізувати їх; удосконалити вміння та навички при роботі у хімічній лабораторії згідно з правилами техніки безпеки поводження у хімічній лабораторії.

Реактиви і обладнання: NH_4Cl (техн.), розчин аміаку, NaCl (техн.), 10 % розчин Na_2CO_3 , 2 н розчин HCl , 0,5 н розчин BaCl_2 , HCl (газоподібний), 10 % розчин NaOH .

Теоретична частина

Перекристалізація – це метод, який використовується для очищення хімічних речовин шляхом розчинення суміші сполуки та її домішок у відповідному розчиннику перед нагріванням розчину. Після розчинення сирого продукту суміш пасивно охолоне, утворюючи кристалізовану сполуку та її домішки як окремі одиниці. Потім новоутворені кристали можна піддати аналізу для оцінки чистоти.

Перекристалізацію застосовують для очищення твердих речовин. У порівнянні з іншими методами вона найбільш універсальна, відносно мало трудомістка, при правильному проведенні забезпечує високий ступінь очищення. Проте інколи при перекристалізації можливі значні втрати речовини. Цей метод ґрунтується на різниці у розчинності речовини, яку очищають, у певному розчиннику за різних температур: без нагрівання та при нагріванні до температури кипіння розчинника.

Для проведення перекристалізації використовують спеціальний хімічний посуд та лабораторне обладнання. Процес перекристалізації здійснюють у кілька стадій:

- вибір розчинника;
- приготування насиченого гарячого розчину;
- "гаряче" фільтрування;
- охолодження розчину;
- відділення кристалів, що утворилися;

- промивання кристалів чистим розчинником;
- висушування.

Вибір розчинника – основна умова при проведенні перекристалізації. До розчинника висувають ряд вимог:

- значна різниця між розчинністю речовини у певному розчиннику за кімнатної температури та при нагріванні;
- розчинник повинен розчиняти при нагріванні лише речовину і не розчиняти домішки, ефективність перекристалізації зростає при збільшенні різниці у розчинності речовини та домішок;
- розчинник повинен бути індиферентним (нейтральним) як до речовини, так і до домішок;
- температура кипіння розчинника повинна бути нижчою за температуру плавлення речовини на 10 – 15 °С, оскільки при охолодженні розчину речовина виділиться не у кристалічній формі, а у вигляді оливи.

Експериментально розчинник вибирають так: невелику пробу речовини вміщують у пробірку, додаючи до неї кілька крапель розчинника. Якщо речовина розчиняється без нагрівання, такий розчинник не придатний для перекристалізації. Вибір розчинника вважається правильним, якщо речовина погано розчиняється в ньому без нагрівання, добре – при кипінні, а при охолодженні гарячого розчину відбувається її кристалізація.

Найбільш доступні та поширені розчинники для перекристалізації - вода, спирти, бензол, толуол, ацетон, хлороформ та інші органічні розчинники або їх суміші.

Речовину для перекристалізації та 2 – 3 кип'ятільні камінці вміщують у колбу (1), додають невелику порцію розчинника і нагрівають із зворотним холодильником (2) до кипіння розчину. Якщо початкової кількості розчинника не вистачає для повного розчинення речовини, розчинник невеликими порціями додають за допомогою лійки через зворотний холодильник.

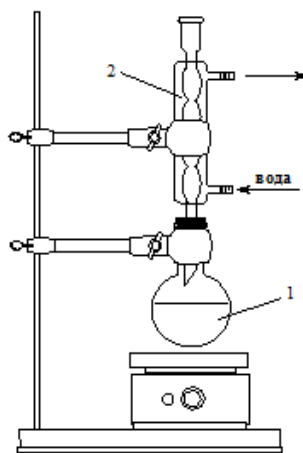


Рис.2 Установка для приготування насиченого розчину

Ефективне очищення сильно забруднених речовин можливе за допомогою різних адсорбентів (активоване вугілля (activated carbon), силікагель тощо). У цьому випадку готують гарячий насичений розчин речовини, охолоджують його до $40 - 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, додають адсорбент ($0,5 - 2\%$ від маси речовини) і знову кип'ятять із зворотним холодильником протягом кількох хвилин.

"Гаряче" фільтрування

Для відокремлення від механічних домішок та адсорбенту гарячий розчин фільтрують. Щоб запобігти виділенню речовини на фільтрі застосовують різні методи. Проста установка для "гарячого" фільтрування складається з спеціальної лійки для "гарячого" фільтрування, що обігрівається паром та хімічної лійки із складчастим фільтром, який вміщується в неї. Зазвичай, для фільтрування в'язких рідин (жирні олії та олійні розчини) користуються лійками для гарячого фільтрування (лійки з паровим обігрівом, з обігрівом гарячою водою, з електричним обігрівом).



Рис.3 Лійки для гарячого фільтрування

а) з паровим обігрівом;

б) з обігрівом гарячою водою

Гарячий насичений розчин речовини швидко виливають на паперовий фільтр, що вміщений у скляну лійку, яка нагрівається з допомогою лійки для гарячого фільтрування. Фільтрат збирають у стакан або конічну колбу. При утворенні на фільтрі кристалів речовини їх промивають невеликою кількістю гарячого розчинника.

Охолодження розчину

При охолодженні фільтрату до кімнатної температури починається процес кристалізації. Для її прискорення фільтрат охолоджують під струменем холодної води. При цьому розчинність речовини зменшується, відбувається остаточна кристалізація.

Відділення кристалів, що утворилися

Відділення кристалів від розчинника здійснюють за допомогою фільтрування, при цьому відсмоктування або створення вакууму в приймачі часто використовують для прискорення процесу фільтрування. Для цього використовують вакуумний насос (водоструминний, масляний або Камовського). Фільтрування здійснюють на установці, яка складається з лійки Бюхнера з паперовим фільтром, колби Бунзена або спеціальної пробірки, проміжної склянки та вакуумного насоса. Розмір паперового фільтра повинен точно збігатися з площею дна лійки Бюхнера.



Рис. 4. Установка для фільтрування під вакуумом

Паперовий фільтр змочують розчинником, вкладають у лійку і вмикають вакуумний насос. При роботі насоса під фільтром створюється знижений тиск – виникає характерний звук, що свідчить про наявність вакууму в системі і

можливість фільтрування. Охолоджений кристалічний продукт разом з розчинником при збовтуванні невеликими порціями переносять з конічної колби на паперовий фільтр.

В процесі фільтрування розчинник проходить через фільтр, осад залишається на ньому. Слід пильнувати, щоб фільтрат не заповнив колбу до рівня тубуса, з'єданого із проміжною склянкою. Фільтрування продовжують доти, доки не перестане капати фільтрат. Після цього осад віджимають на фільтрі широкою склянкою пробкою або спеціальною склянкою паличкою, вимикають насос, промивають осад чистим розчинником, вмикають насос і знову віджимають. Установку від'єднують від вакууму, виймають лійку. Фільтр разом з речовиною акуратно переносять в чашку Петрі або спеціальну ємність для висушування.

Висушування твердої речовини

Сушити тверду речовину можна на повітрі при кімнатній температурі. Гігроскопічні речовини висушують в ексикаторах; стійкі до дії повітря та температури – в сушильній шафі, де температура має бути на 20 – 50 °С нижчою за температуру плавлення даної речовини. Для перекристалізованого і висушеного продукту визначають масу, вихід та температуру плавлення.

Визначення температури плавлення

Температурою плавлення речовини вважають температурний інтервал від початку до повного розплавлення цієї речовини. Чим чистіша речовина, тим менший цей інтервал. Різниця між температурою, при якій починається утворення рідкої фази і температурою повного розплавлення для чистих сполук, зазвичай не перевищує 0,5 °С.

Наявність незначної кількості домішок у речовині знижує її температуру плавлення та відповідно збільшує інтервал плавлення. Цю властивість використовують для встановлення ідентичності двох речовин, якщо одна з них відома: ретельно змішують однакові кількості речовин і визначають температуру плавлення суміші (змішана проба). Якщо температура плавлення змішаної проби така ж, як і в чистій речовині, роблять висновок про ідентичність обох речовин.

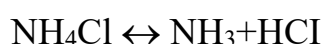
Температуру плавлення хімічної кристалічної речовини можна визначити в капілярі. Досліджувану речовину в кількості $\sim 0,001$ г поміщають у маленький капіляр, запаяний з одного кінця. Капіляр витягують з добре вимитої і висушеної тонкостінної скляної трубки діаметром 10 – 12 мм. Досліджувану речовину ретельно розтирають в ступці або на годинному склі. Відкритим кінцем капіляра набирають у нього небагато речовини і кидають його запаяним кінцем вниз в скляну трубку завдовжки 80 – 90 см, поставлену вертикально на лабораторний стіл. Цю операцію наповнення повторюють кілька разів до отримання в капілярі добре ущільненого стовпчика речовини висотою $\sim 2-3$ мм. Наповнений таким чином капіляр закріплюють на термометрі так, щоб проба речовини знаходилася на рівні кульки термометра. Для прикріплення капіляра до термометра застосовують гумове кільце.

Нагрівання приладу регулюють так, щоб температура збільшувалася із швидкістю 1°C за хвилину. При цьому уважно стежать за станом стовпчика речовини у капілярі, зазначаючи всі зміни – зміну забарвлення, розкладання, спікання, намокання тощо. Початком плавлення вважають виникнення першої краплі в капілярі (T_1), а закінченням – закінчення розплавлення останніх кристаликів речовини (T_2). Інтервал температур ($T_2 - T_1$) називають температурою плавлення даної речовини ($T_{\text{пл}}$).

Очистка хлориду амонію.

Реактиви: NH_4Cl (техн.), розчин аміаку.

Хлорид амонію NH_4Cl (інші назви – нашатир, але не слід путати з нашатирним спиртом, хлористий амоній) – кристали кубічної форми, білого кольору; добре розчиняється у воді, погано – в спирті. При 338°C відбувається термічна дисоціація:



При охолодженні знову викристалізуються кристали хлориду амонію. Одержують сполученням аміаку з хлоридом натрію. Хлорид амонію

використовують у фарбуванні тканин, у виготовленні гальванічних елементів, паянні, лудінні та в медицині.

Хід роботи.

30 г технічного хлориду амонію розчиняють у 50 мл води при 70 °С і додають аміак до лужної реакції. Потім розчин декілька хвилин кип'ятять, відфільтровують. Фільтрат в стакані залишають на 2-3 години на льоду. Випадає дрібний осад, його відсмоктують, промивають невеликою кількістю води і сушать на склі при кімнатній температурі.

Можна отримати ще деяку кількість кристалів з маточного розчину, який упарюють до половини об'єму і залишають кристалізуватись. Подальші дії з ним описані вище. Розраховують відсоток виходу.

Очистка кухонної солі методом осадження домішок.

Реактиви: NaCl (техн.), 10 % розчин Na₂CO₃, 2н розчин HCl, 0,5 н розчин BaCl₂, HCl (газоподібний), 10 % розчин NaOH.

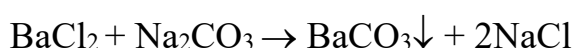
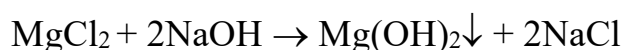
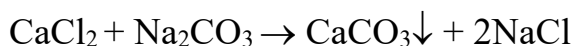
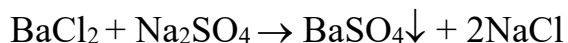
Натрій хлорид NaCl (промислова назва хлорид натрію) – білі кубічні кристали, розчинні у воді, нерозчинні в спирті. При кристалізації з водних розчинів при -10 °С випадає кристалогідрат NaCl·2H₂O. Зустрічається в природі в розчиненому стані в солоних водоймах: у морях, океанах, озерах. У кристалічному стані входить до мінералу галіт, з якого практично повністю складається видобувна кам'яна сіль, морська сіль тощо.

Залежно від походження природного хлориду натрію, має різну ступінь чистоти та різний кількісний та якісний склад домішок, які зумовлюють його смак та колір. Хлорид натрію, який застосовується в побуті, часто звуть кухонною, арчовою чи столовою сіллю; у назві іноді вказується на джерело її походження (кам'яна, морська, озерна, виварна) та ґатунок: чим вищий, тим менше домішок містить хлорид натрію. У воді хлорид натрію розчиняється, але в чистому виді, на відміну від кухонної солі, не гігроскопічний, відповідно не сиріє.

Хлорид натрію використовується дуже широко: окрім застосування в кулінарії (як приправа до їжі і при консервуванні риби, м'яса та інших харчових

продуктів), є також важливою сировиною хімічної промисловості для одержання гідроксиду натрію, соди, хлору тощо.

Для очистки кухонної солі використовують метод осадження домішок і їх відфільтровування. Йони SO_4^{2-} , Ca^{2+} , Mg^{2+} осаджують відповідними реагентами, осад що випав відфільтровують. При осадженні відбуваються наступні реакції:



Хід роботи

25 г технічного хлориду натрію розчиняють в 100 мл води. Розчин кип'ятять, дають відстоятися і декантують через складчатий фільтр, щоб очистити від механічних домішок. Прозорий фільтрат підкислюють хлоридною кислотою до слабокислої реакції (по лакмусу), нагрівають і додають 10 мл 0,5 н розчину BaCl_2 для осадження йонів SO_4^{2-} .

Одержану суміш кип'ятять 20 - 30 хвилин, дають відстоятися і фільтрують через щільний фільтр. Для осадження йонів Ca^{2+} , Mg^{2+} та надлишку йонів Ba^{2+} додають 10 % розчин Na_2CO_3 . Суміш кип'ятять, дають відстоятися, перевіряють повноту осадження йонів Ca^{2+} , Mg^{2+} та Ba^{2+} і фільтрують. Фільтрат нейтралізують розчином хлоридної кислоти (по лакмусу) і упарюють до появи кристалів. Кристали відсмоктують, промивають дуже малою кількістю води і сушать при 70 - 100 °С. З маточного розчину при упарюванні отримують ще певну кількість кристалів. Розраховують відсоток виходу.

Контрольні питання

1. Що таке перекристалізація і для яких речовин її застосовують?
2. Які основні етапи перекристалізації?
3. Які вимоги висуваються до вибору розчинника для перекристалізації?
4. Чому перекристалізація вважається одним із найефективніших методів

очищення твердих речовин?

5. Які типи розчинників використовують при перекристалізації?
6. Яке обладнання застосовується для проведення перекристалізації?
7. Яким чином контролюють чистоту отриманих кристалів?
8. Чому температура кипіння розчинника має бути нижчою за температуру плавлення речовини?
9. Які реактиви використовуються для очистки хлориду амонію?
10. Опишіть основні етапи очищення хлориду амонію.
11. Що відбувається з NH_4Cl при нагріванні та охолодженні?
12. Які реактиви використовуються для очистки кухонної солі?
13. Які йони необхідно осадити при очищенні хлориду натрію?
14. Який вплив мають домішки на температуру плавлення очищеної речовини?

Лабораторна робота №3

Одержання сполук міді

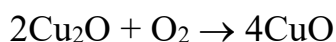
Тема: «ОДЕРЖАННЯ ЗАКИСУ МІДІ».

Мета: Спираючись на теоретичні основи загальної, неорганічної, аналітичної та фізичної хімії, навчитись синтезувати купрум (І) оксид у лабораторних умовах; вдосконалити вміння та навички при роботі у хімічній лабораторії згідно з правилами техніки безпеки поведження у хімічній лабораторії.

Реактиви і обладнання : Na_2CO_3 (тв.), NaOH (розчин 20 %), $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, глюкоза.

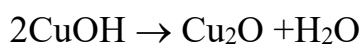
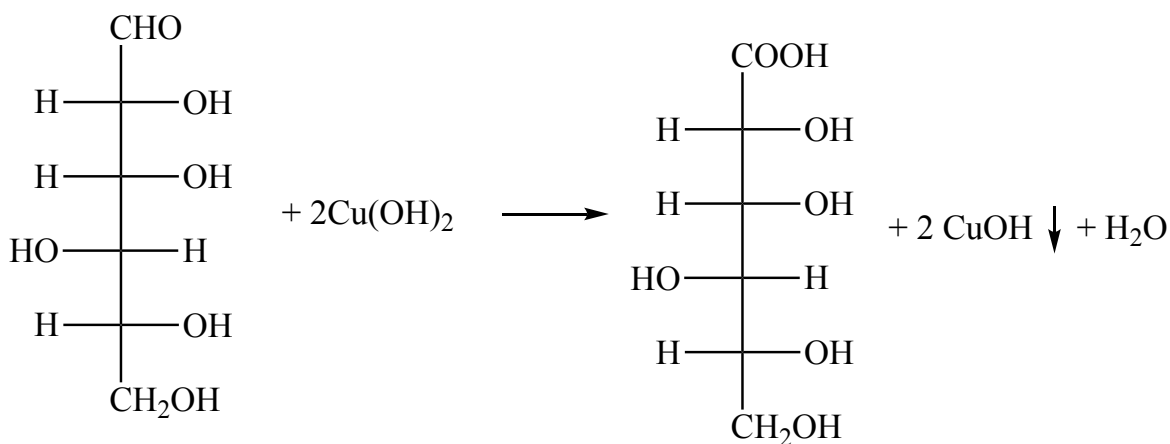
Теоретична частина

Купрум (І) оксид, оксид міді (І) – неорганічна бінарна сполука складу Cu_2O . За звичайних умов є ортогональними кристалами карміново-червоного кольору. Закис міді Cu_2O являє собою порошок, нерозчинний у воді, але розчинний в аміаку. Аморфна модифікація має жовтий або помаранчевий колір. При нагріванні на повітрі закис міді окиснюється до оксиду міді CuO :



Синтез у лабораторних умовах

В лабораторних умовах оксид міді синтезують дією лугів на солі міді (II) із подальшим відновленням (наприклад: глюкозою ($C_6H_{12}O_6$) або гідроксиламіном (NH_2OH)). В результаті реакції випадає жовтий осад гідроксиду міді (I), який розкладається при тривалому кип'ятінні:

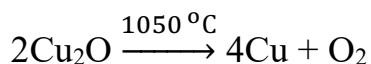
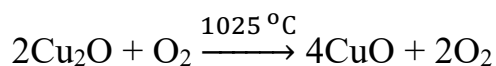


Оксид міді (I) використовується у виробництві пігментів для потреб скляної та керамічної промисловостей.

Властивості Купрум (I) оксиду

Купрум (I) оксид (технічна назва оксид міді (I), закис міді), хімічна формула – Cu_2O , молярна маса – 143,091 г/моль, густина – 6,0 г/см³, температура плавлення – 1235 °С, температура кипіння – 1800 °С (з розкладом).

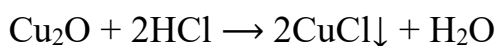
Оксид міді (I) окиснюється при нагріванні до 1025 °С з утворенням оксиду CuO , а при підвищенні температури розкладається з утворенням простих речовин:

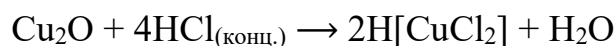


На вологому повітрі Cu_2O поступово окиснюється до гідроксиду міді(II):

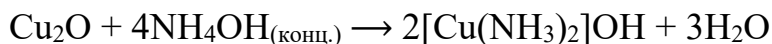
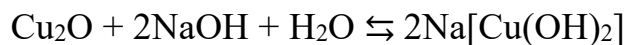


Cu_2O реагує із кислотами:



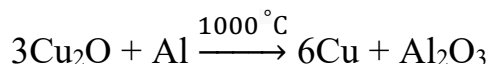
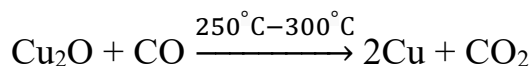
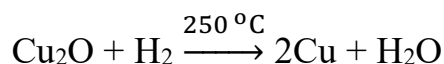


Також взаємодіє з лугами:

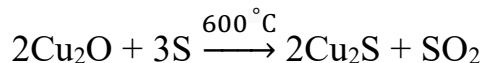


У вищенаведених сполуках атом купруму перебуває у ролі комплексоутворювача, координуючи довкола себе 2 ліганди.

При нагріванні оксид міді легко відновлюється до металу під дією водню, оксиду вуглецю, активних металів:



При прожарюванні оксиду міді з сіркою (або з тіосульфатами чи полісульфатами лужних металів) в атмосфері водню утворюється чорно-синій сульфід міді (I):

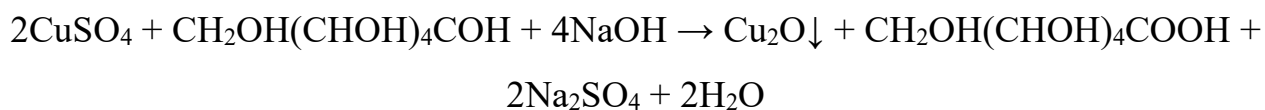


ХІД РОБОТИ

«Мокрий спосіб»

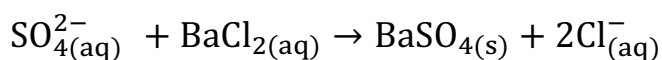
19 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ розчиняють в 110 мл води. У розчин мідного купоросу додають 4,8 г глюкози, розчиненої в 3,5 мл води. Одержану суміш фільтрують. Фільтрат нагрівають до 35°C і швидко при перемішуванні приливають 50 мл 20 % розчину NaOH . Випадає помаранчевий осад $\text{Cu}_2\text{O}\downarrow$.

Схема загального хімізму процесу:



Суміші дають постояти одну годину. Розчин над осадом повинен бути безбарвним. Осад промивають гарячою водою. Декантацією – відмивають від йону SO_4^{2-} (проба з $BaCl_2$ в присутності HCl).

Декантація – відокремлення рідини від осаду, шляхом її зливання, повільно осідаючих дрібних частинок полідисперсної суспензії від швидко осідаючих (більш великих і важких часток) шляхом зливу (декантації) рідини, яка містить ще не осілі частинки з осаду, що відстоявся.



Осад відсмоктують і висушують при кімнатній температурі. Розраховують практичний вихід.

Тема: «ОДЕРЖАННЯ ГІДРООКИСУ МІДІ»

Мета: Спираючись на теоретичні основи загальної, неорганічної, аналітичної та фізичної хімії, навчитись синтезувати купрум (І) гідроксид у лабораторних умовах; вдосконалити вміння та навички при роботі у хімічній лабораторії згідно з правилами техніки безпеки поводження у хімічній лабораторії.

Реактиви: $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, гліцерин, 0,5 н розчин $NaOH$.

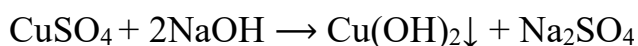
Теоретична частина

Гідроксид міді (ІІ) або купрум (ІІ) гідроксид – неорганічна сполука ряду гідроксидів (слабка основа, амфотерного ряду), що має склад $Cu(OH)_2$. За звичайних умов купрум гідроксид – це тверда речовина синього або синьо-зеленого кольору.

Гідроксид міді є нерозчинним у воді (розчинність 3 мкг/л, ДР $2,2 \cdot 10^{-20}$), однак добре розчиняється у мінеральних кислотах та аміаку.

При нагріванні до 70 – 90 °С порошку $Cu(OH)_2$ або його водних суспензій відбувається розклад до оксиду міді (ІІ) та води. Речовина проявляє середню токсичність – напівлетальна доза становить 1 г/кг.

Типовим методом синтезу гідроксиду міді є реакція між солями $Cu(II)$ та гідроксидом натрію:



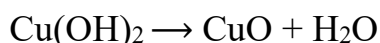
Взаємодію проводять на холоді при рН 5 – 5,5. В результаті утворюється яскраво-синій драглеподібний осад.

У розчинах гідроксид міді має обмежену стійкість, тому для її збільшення до розчину додають аміак, внаслідок чого утворюється комплексний аміакат із майже стехіометричним складом.

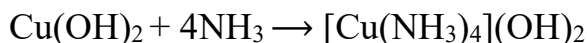
Осад гідроксиду на повітрі висихає до порошку із перемінним вмістом води, а продукт складу $\text{Cu}(\text{OH})_2$ отримують висушуванням осаду при 100 °С.

Властивості: молекулярна маса – 97,561 г/моль; густина – 3,368 г/см³; точка плавлення – приблизно 80 °С (розкладається до CuO), розчинність у воді – незначна; розчинність у етанолі – нерозчинний; розчиняється в аміачній воді.

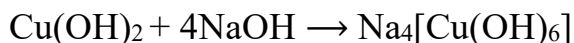
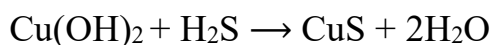
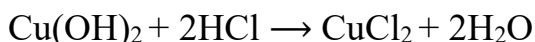
Порошкоподібний гідроксид розкладається на оксид і воду за температури близько 200 °С, тоді як у формі суспензії він розкладається вже при незначному нагріванні (40 – 80 °С):



Гідроксид розчиняється в аміаку, утворюючи розчин комплексної сполуки із темно-синім забарвленням (реактив Швейцера):



$\text{Cu}(\text{OH})_2$ проявляє амфотерні властивості: окрім кислот взаємодіє також і з надлишковими кількостями лугів, утворюючи темно-сині комплекси:



Також гідроксид розчиняється у ціанідах із утворенням ціанокомплексів:



Гідроксид проявляє окисні властивості. При його відновленні утворюється гідроксид міді (I), який є нестійкою сполукою і розкладається до оксиду міді(I):



Окисні властивості гідроксиду мають велике практичне значення в якісному аналізі, оскільки дозволяють виявляти присутність органічних сполук-відновників, зокрема альдегідів, альдоз тощо.

Контрольні питання

1. Яка мета проведення лабораторної роботи з отримання оксиду міді (I)?
2. Які основні хімічні властивості оксиду міді (I)?
3. Опишіть метод синтезу оксиду міді (I) у лабораторних умовах.
4. Чому в процесі синтезу Cu_2O використовується глюкоза?
5. Яка схема загального хімізму процесу отримання Cu_2O ?
6. Які особливості взаємодії оксиду міді (I) з кислотами та лугами?
7. Чому оксид міді (I) поступово окиснюється на вологому повітрі?
8. Як відбувається декантація в ході експерименту?
9. Яка роль гідроксиду міді (II) в якісному аналізі органічних сполук?
10. Опишіть процес розкладу гідроксиду міді (II) при нагріванні.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

Визначення вмісту йонів кальцію і магнію у воді

Мета роботи: навчитися визначати твердість водопровідної води за вмістом йонів кальцію і магнію.

Реактиви і обладнання: бюретки об'ємом 25 мл; піпетки Мора об'ємом 50 і 100 мл; конічні колби для титрування об'ємом 250 мл; мірний циліндр об'ємом 50 мл; 0,05 М розчин трилону Б; 0,1 М розчин натрій гідроксиду; аміачний буферний розчин з $\text{pH} = 9,8$; індикатор еріохром чорний Т в суміші з NaCl (1 : 100); мурексид (індикаторна суміш).

Теоретична частина

Вода є обов'язковим елементом будь-якого хімічного виробництва. Її використовують як розчинник, холодоагент або теплоносіє, транспортну речовину, екстрагент. У деяких видах виробництва вода виступає як сировина (зокрема у процесах гідратації). Жорстка вода непридатна для цілої низки виробництв:

паперового, шкіряного, крохмального, спиртового тощо. Вона непридатна і для паросилового господарства, бо під час кип'ятіння води утворюється накип, який погано проводить тепло, внаслідок чого збільшується витрата палива. Накип спричиняє інтенсивне руйнування стінок котлів, що може призвести до аварії.

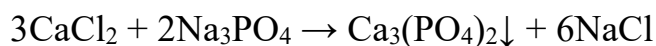
У природній воді завжди містяться розчинені речовини і механічні домішки. Тому залежно від призначення застосовують різноманітні методи очистки води.

Однією з найважливіших характеристик води є твердість, яка зумовлена вмістом розчинених солей кальцію і магнію. Розрізняють тимчасову (карбонатну) твердість, яка зумовлена наявністю гідрокарбонатів кальцію і магнію, та постійну твердість, яку викликають сульфати, хлориди і нітрати кальцію і магнію. Сума тимчасової і постійної твердості дає загальну твердість. Для числового вираження жорсткості води вказують концентрацію в ній катіонів кальцію та магнію. Рекомендована одиниця СІ для вимірювання концентрації – моль на кубічний метр (моль/м^3), але на практиці для вимірювання жорсткості частіше використовують мілімоль на літр (ммоль/л), ммоль/дм^3 . Воду поділяють на дуже м'яку (сумарний вміст солей Ca^{2+} та Mg^{2+} менше ніж $1,5 \text{ ммоль/л}$), м'яку ($1,5 - 3 \text{ ммоль/л}$), помірно тверду ($3 - 6 \text{ ммоль/л}$), тверду ($6 - 9 \text{ ммоль/л}$) і дуже тверду ($>9 \text{ ммоль/л}$).

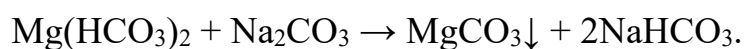
Тимчасова твердість, на відміну від постійної, може бути усунена кип'ятінням води, що супроводжується перетворенням гідрокарбонатів кальцію і магнію на нерозчинні карбонати:



У промисловому процесі усунення твердості води (пом'якшення) здійснюють фізичними або хімічними способами. До фізичних способів належать дистиляція, виморожування, термообробка. Хімічні способи полягають в обробці води хімічними реагентами з метою зв'язування катіонів кальцію і магнію у нерозчинні сполуки. Серед хімічних способів пом'якшення води найбільш поширені фосфатний:



і содовий:



До того ж для усунення твердості води широко застосовують метод йонного обміну.

Визначення твердості води для промислових потреб, так само, як і стічних вод виробництва, здійснюють зазвичай титриметричним методом у присутності індикаторів.

Порядок виконання роботи

Аліквотну частину розчину об'ємом 50 мл відбирають піпеткою в колбу для титрування, додають до неї 10 мл розчину NaOH, 0,1 г індикаторної суміші мурексиду і повільно за умови перемішування титрують стандартним розчином трилону Б до переходу рожевого забарвлення у фіолетове (рис. 5). Відмічають об'єм титранту (V_1) за бюреткою, який пішов на титрування катіонів кальцію.

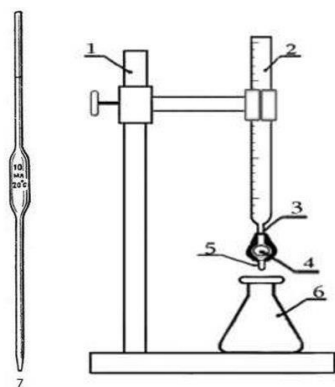


Рис.5. Установка для титрування (1 – штатив; 2 – бюретка; 3 – гумова трубка; 4 – кулька; 5 – скляний носик; 6 – колба для титрування; 7 – піпетка Мора)

Після цього знову відмірюють мірною піпеткою в іншу колбу для титрування об'єм аліквоти досліджуваного розчину, додають 25 мл аміачного буферного розчину, 0,1 г індикатору еріохрому чорного Т в суміші з NaCl (1 : 100) і повільно за умови перемішування титрують розчином трилону Б до переходу забарвлення розчину в синій колір.

Відмічають об'єм трилону Б (V_2), який використано на титрування йонів Ca^{2+} та Mg^{2+} в суміші. За різницею об'ємів ($V_2 - V_1$) визначають об'єм розчину трилону Б (V), витрачений на титрування йонів Mg^{2+} . Титрування проводять тричі. За отриманими результатами розраховують концентрацію йонів Ca^{2+} та Mg^{2+} у досліджуваній воді.

Обробка результатів

Концентрацію йонів кальцію ($C_{\text{Ca}^{2+}}$) у ммоль/л визначають за формулою:

$$C_{Ca^{2+}} = \frac{V_{Ca^{2+}} \cdot C_T}{V_{алікв} \cdot 40,078} \cdot 1000$$

де $V_{Ca^{2+}}$ – об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування Ca^{2+} , мл; C_T

– концентрація розчину трилону Б, моль/л;

$V_{алікв}$ – об'єм аліквоти, мл;

40,078 – атомна маса кальцію, а. о. м.;

1000 – коефіцієнт для переходу від грамів до міліграмів.

Концентрацію йонів магнію (Mg^{2+}) в ммоль/л визначають за формулою:

$$C_{Mg^{2+}} = \frac{(V_T - V_{Ca^{2+}}) \cdot C_T}{V_{алікв} \cdot 24,305} \cdot 1000$$

де V_T – загальний об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування йонів Ca^{2+} і Mg^{2+} в суміші, мл;

$V_{Ca^{2+}}$ – об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування Ca^{2+} , мл;

C_T – концентрація розчину трилону Б, моль/л;

$V_{алікв}$ – об'єм аліквоти, мл;

24,305 – атомна маса магнію, а. о. м.;

1000 – коефіцієнт для переходу від грамів до міліграмів.

Одержані значення твердості води порівнюють із нормативними.

Контрольні питання

1. Що таке твердість води? Які види твердості води існують?
2. Присутність яких солей зумовлює загальну, тимчасову й постійну твердість води?
3. Які методи існують для визначення загальної твердості води? Як визначають постійну твердість?
4. Назвіть методи пом'якшення води у промисловості.

5. Які індикатори використовують у комплексометричному методі визначення вмісту йонів кальцію і магнію у воді? На чому засноване їх використання?
6. У якому середовищі проводиться комплексометричне визначення загальної твердості води, чим це пояснюється? У чому полягає роль аміачно-буферної суміші?

Лабораторна робота № 5

Одержання натрій гідроксиду каустифікацією содового розчину

Мета: Практично вивчити процес каустифікації содового розчину вапном на лабораторній установці і освоїти метод контролю складу рідин виробництва їдкого натру.

Реактиви і обладнання: 5 – 20 %-вий розчин соди, вапно негашене, 1 н розчин HCl 10 %-вий розчин BaCl₂, індикатори – метиловий оранжевий, фенолфталеїн. Установка для каустифікації содового розчину (рис. 6) термостат, піпетка, колби конічні на 250 см³, бюретка.

Теоретична частина

Гідроксид натрію, натрій гідроксид, каустична сода або просто каустик – неорганічна сполука, гідроксид складу NaOH. Являє собою білі, непрозорі та дуже гігроскопічні кристали. Речовина добре розчинна у воді – при з'єднанні з водою виділяється велика кількість тепла. Проявляє сильні лужні властивості. Значення рН 1 %-го водного розчину становить 13. Гідроксид натрію є їдкою сполукою, при потраплянні на шкіру викликає омилення жирів та хімічні опіки, спричиняє корозію окремих металів. Речовина застосовується у виробництві численних продуктів, зокрема, поверхно-активних речовин, паперу, косметики, лікарських засобів

Фізичні властивості

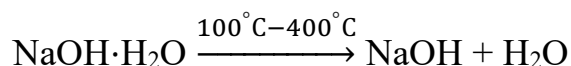
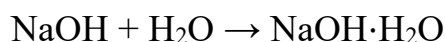
Гідроксид натрію NaOH – біла тверда речовина. Залишений на повітрі їдкий натрій незабаром розпливається, оскільки притягує вологу з повітря. Речовина добре розчиняється у воді, при цьому виділяється велика кількість теплоти.

Розчинність натрій гідроксиду (NaOH) у воді

Температура, °C	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Розчинність, %	30	39	46	53	58	63	71	74	76	76	79

Хімічні властивості

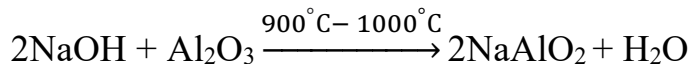
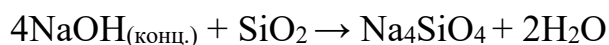
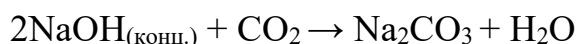
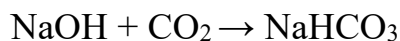
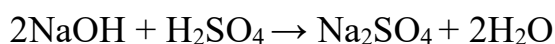
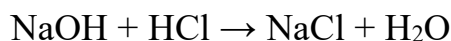
Гідроксид натрію активно поглинає вологу з повітря, утворюючи гідрати різного складу, які розкладаються при нагріванні:



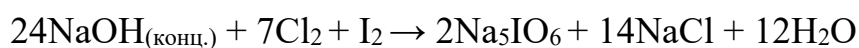
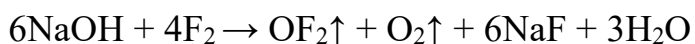
У розчинах сполука добре дисоціює:

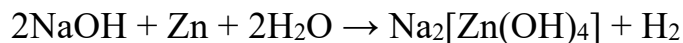
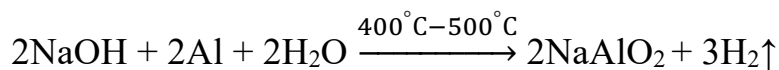
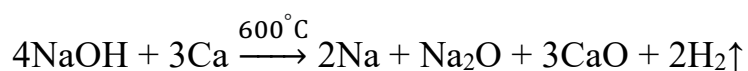
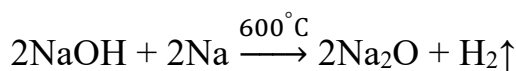


Проявляючи сильні лужні властивості, гідроксид натрію легко взаємодіє з кислотами, кислотними та амфотерними оксидами і гідроксидами:

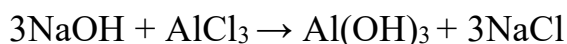
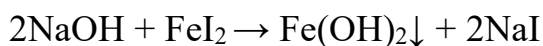


NaOH легко взаємодіє із галогенами, а за високих температур – також і з металами:

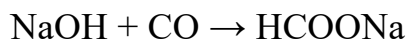




При взаємодії з солями, що є похідними слабких основ, утворюються відповідні гідроксиди:



Реагуючи із монооксидом вуглецю, синтезується формиат натрію. Реакція проходить під тиском, за температури 120 – 200 °C у присутності каталізатора:



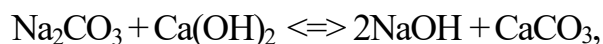
Сода каустична пожежо- та вибухобезпечна речовина. Їдка, корозійно активна сполука. За ступенем впливу на організм належить до речовин 2-го класу небезпеки. Як тверда речовина, так і концентровані її розчини викликають дуже сильні опіки. Попадання лугу в очі може призвести до їх важких захворювань і навіть до втрати зору. При попаданні на шкіру, слизові оболонки, очі утворюються сильні хімічні опіки. При потраплянні на шкіру слід промити слабким розчином оцтової кислоти.

При роботі використовують захисні засоби: захисні окуляри, гумові рукавички, прорезинений хімічностійкий одяг.

Каустифікація содового розчину являє собою основну операцію вапнякового способу одержання їдкого натру. Крім того каустифікація є однією із стадій виробництва целюлози сульфатним способом (при регенерації варочного розчину), у виробництві глинозему мокрим лужним способом та ін. Каустифікація відноситься до типових гетерогенних некаталітичних процесів, які протікають при невисокій температурі.

Содовий розчин, що одержується декарбонізацією суспензії бікарбонату натрію змішують з вапном або вапняним молоком. Утворення їдкого натру в

результаті обмінної взаємодії між карбонатом натрію і гідроксидом кальцію зворотне.



Умови рівноваги цієї реакції визначаються співвідношенням між розчинностями гідроксиду і карбонату кальцію або значеннями концентрацій йонів OH^- і CO_3^{2-} в розчині. Це видно з виразу константи рівноваги K , що визначається рівноважними концентраціями реагуючих речовин.

В табл. 3 подані значення, що характеризують рівновагу даного процесу. Вони показують, що ступінь каустифікації зростає із зменшенням концентрації соди у вихідному розчині.

Із підвищенням температури значення константи рівноваги зменшується внаслідок зменшення розчинності гідроксиду кальцію. Так, якщо розраховувати значення K' при різних температурах, виходячи із розчинності гідроксиду і карбонату кальцію при повній електролітичній дисоціації і нехтуючи гідролізом CaCO_3 , то при $20\text{ }^\circ\text{C}$ $K' = 2100$, а при $100\text{ }^\circ\text{C}$ $K' = 90$. Це вказує на можливість більш повного перетворення Na_2CO_3 в NaOH за $15\text{-}20\text{ }^\circ\text{C}$. На практиці ж процес ведуть за підвищеної температури ($80\text{-}100\text{ }^\circ\text{C}$).

Таблиця 3.

Значення константи рівноваги процесу каустифікації содового розчину

Загальна концен- трація (до каус- тифікації), г-екв/л	Концентрація після каустифікації, г-екв/л		$K' = \frac{[\text{OH}^-]^2}{[\text{CO}_3^{2-}]}$	Ступінь каустифікації , А %
	OH^-	CO_3^{2-}		
1	2	3	4	5
5,375	4,340	0,518	36,4	80,7
5,125	4,220	0,408	39,3	82,3
4,900	4,095	0,403	41,7	83,6
3,842	3,444	0,199	59,6	89,6
3,073	2,903	0,085	99,1	94,5
2,045	1,982	0,032	124,9	96,9

Це пояснюється, з однієї сторони тим, що швидкість взаємодії між реагуючими речовинами зростає з підвищенням температури. З іншої сторони за температур нижче $80\text{ }^\circ\text{C}$ у процесі каустифікації утворюється дрібнодисперсний осад карбонату кальцію, який адсорбує значну кількість їдкого натру і важко

відділяється від рідини. Для одержання осаду, що легко відділяється від рідкої фази, потрібна більш висока температура.

На практиці каустифікацію ведуть із 2 – 3 н розчином Na_2CO_3 (приблизно 10 - 15 % мас) при 80 °С; при цьому досягають перетворення Na_2CO_3 в NaOH – 90 % і одержують розчин, що містить 120 г/л Na_2CO_3 .

Швидкість процесу каустифікації залежить також від кількості взятого вапна і його властивостей, розмірів частинок, умов випалення вапняку і наявності домішок у вихідній сировині. Суть методу аналізу одержаних лугів полягає у визначенні загальної лужності (суми карбонатного та каустичного лугу $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaOH}$) та вмісту їдкого натру. Загальну лужність визначають титруванням сильною кислоти в присутності індикатора – метилового оранжевого. Для окремого визначення їдкого натру та карбонату натрію при їх сумісній присутності застосовують два методи: титрування з двома індикаторами і осадження йону CO_3^{2-} хлоридом барію.

Метод титрування однієї і тієї ж пробі лугу із двома індикаторами базується на зміні кольорів індикаторів – фенолфталеїну і метилового оранжевого в різних інтервалах значень рН. При титруванні пробі соляною кислотою в присутності фенолфталеїну визначається їдкий натр і половина карбонату натрію ($\text{NaOH} + 0,5\text{Na}_2\text{CO}_3$). Пробу дотитровують в присутності метилового оранжевого; вся витрачена на титрування кількість кислоти відповідає загальній лужності, тобто сумі $\text{NaOH} + 0,5\text{Na}_2\text{CO}_3$.

Метод осадження карбонату хлоридом барію полягає у визначенні їдкого лугу в пробі після осадження Na_2CO_3 хлоридом барію. В іншій пробі визначають загальну лужність. Цей метод найбільш точний і разом з тим достатньо простий. Метод титрування з двома індикаторами доцільно застосовувати тоді, коли в їдкому натрі знаходиться дуже малий процент домішок соди.

В розчинах, що одержуються при виробництві їдкого натру електролізом розчину NaCl , визначають крім їдкого натру і карбонату натрію ще й хлорид, гіпохлорит і хлорат натрію. Вміст хлориду знаходять загальновідомим

аргентометричним або меркуриметричним методами. Визначення гіпохлориту натрію проводять, як правило, колориметрично в оцтовокислому середовищі. Хлорат натрію визначають, додаваючи до проби в надлишку титрований розчин солі двовалентного заліза, що окиснюється в присутності NaClO_3 , надлишок солі закисного заліза відтитровують розчином перманганату калію.

ПОРЯДОК ПРОВЕДЕННЯ РОБОТИ

Лабораторна установка для каустифікації содового розчину (рис. 5) складається із каустифікатора 1, зануреного у водяний термостат 4, температура в якому встановлюється і регулюється за допомогою терморегулятора. Як каустифікатор використовують скляний циліндр діаметром 5 – 6 см, висотою 25 – 30 см. Циліндр закритий корком, в який пропущені гвинтова мішалка 2 і термометр 3. Частота обертання мішалки біля 60 хв^{-1} . В кришці каустифікатора є отвір діаметром 8 – 10 мм для відбору проби рідини.

Для проведення досліду готують розчин соди, концентрацією в межах 5 – 20 % мас; концентрацію розчину контролюють аналітично.

Кількість вапна для каустифікації розраховують згідно зі складом і кількістю содового розчину та згідно характеристики вапна. Необхідну кількість CaO розраховують в надлишку 10 % від теоретичного, що знаходиться за стехіометричним співвідношенням. Знайдену кількість CaO перераховують на вапно згідно вмісту CaO в ньому.

В залежності від завдання можна проводити досліди каустифікації з однією і тією ж концентрацією вихідного содового розчину при різних температурах, або при одній і тій же температурі, але при різних концентраціях Na_2CO_3 у вихідних розчинах, в останньому випадку в термостаті поміщають декілька циліндрів каустифікаторів. Після закінчення досліду зупиняють мішалку, виймають циліндри-каустифікатори із термостату і після охолодження та відстоювання суспензії із кожного каустифікатора відбирають проби прозорої рідини для аналізу на вміст Na_2CO_3 та NaOH .

Для проведення аналізу в каустифікатор 1 наливають 300 – 400 см^3 содового

розчину. Пускають в хід мішалку і включають нагрів термостата. Коли температура в каустифікаторі досягне заданої межі (50 – 90 °С) в циліндр через отвір для відбору проб починають завантажувати невеликими порціями зважену кількість вапна.

Завантаження проводять рівними порціями через кожні 2 – 3 хв. Відмічають час початку досліду з моменту завантаження першої порції вапна. Каустифікацію ведуть на протязі 1,5 – 2 год., відбираючи через кожні 15 хв. проби рідини на аналіз. Проби відбирають піпеткою з широким кінцем, вміст якої переносять на фільтр; фільтрат аналізують на вміст Na_2CO_3 та NaOH .

Визначення загальної лужності

Суму $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ знаходять титруванням проби аналізованої рідини соляною кислотою в присутності метилового оранжевого. Для цього 10 cm^3 аналізованої рідини відбирають піпеткою в конічну колбу місткістю 250 cm^3 , додають 50 cm^3 води, 2 – 3 краплі метилового оранжевого та титрують 1 н розчином HCl до переходу жовтого забарвлення в рожеве, об'єм HCl ($a \text{ cm}^3$), що витрачено на титрування проби відповідає загальній лужності, тобто сумі $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$.

Визначення вмісту їдкого натру

При додаванні розчину BaCl_2 до рідини, яка містить NaOH і Na_2CO_3 йон CO_3^{2-} осаджується з утворенням нерозчинного карбонату барію за реакцією:

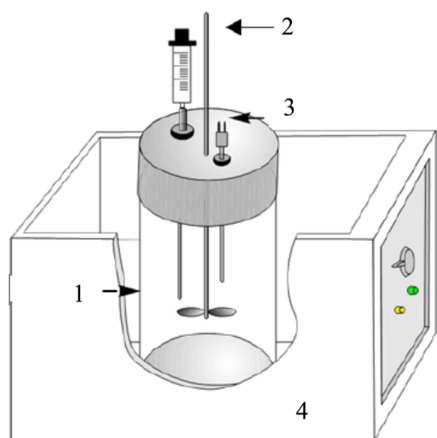
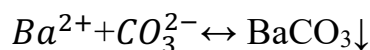


Рис. 6. Схема установки для каустифікації розчину:

1. каустифікатор;
2. гвинтова мішалка;
3. термометр;
4. водяний термостат

При титруванні осадженої проби соляною кислотою в присутності фенолфталеїну можна знайти вміст йонів OH^- , що еквівалентне початковому вмісту

NaOH в пробі.

Для визначення їдкого натру 10 см^3 рідини, що аналізується, відбирають піпеткою в конічну колбу, додають 50 см^3 води і надлишок ($30 - 40\text{ см}^3$) 10 %-го розчину BaCl_2 . Після осадження карбонату барію до проби прибавляють 3 – 4 краплі фенолфталеїну і зразу ж титрують 1 н розчином HCl при обережному перемішуванні. Це титрування потрібно проводити дуже обережно, не залишаючи довго розчин на повітрі і не перемішуючи його за таких причин:

- розчин, що містить йони OH^- і Ba^{2+} , поглинає з повітря CO_2 , в результаті чого може зменшитись кількість NaOH , що визначається;

- осад BaCO_3 може частково реагувати з соляною кислотою; ця взаємодія несуттєва на початку титрування, коли надлишкова витрата HCl компенсується нейтралізацією CO_2 , що виділився, але під кінець титрування CO_2 , може частково виділятися з розчину і взаємодія BaCO_3 з HCl не компенсується. Об'єм HCl (в см^3), що затрачений на титрування проби, відповідає вмісту в ній їдкого натру.

$$G_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = (b \cdot 0,04 \cdot 1000) / 10$$

$0,04$ - маса NaOH , що еквівалентна масі кислоти, яка міститься в 1 см^3 1 н HCl , b - об'єм HCl , що затрачений на титрування проби, см^3 .

Визначення вмісту карбонату натрію.

Кількість карбонату натрію в пробі обчислюють як різницю між загальною лужністю розчину і вмістом в ньому їдкого натру, тобто вмісту в пробі Na_2CO_3 (відповідає $a-b\text{ см}^3$ (1 н)):

$$G_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = (b \cdot 0,04 \cdot 1000) / 10$$

де $G_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$ – вміст Na_2CO_3 в розчині, г/л; $0,053$ – маса Na_2CO_3 , що еквівалентна масі кислоти, яка міститься в 1 см^3 1 н HCl .

Згідно одержаних аналітичних даних розраховують ступінь каустифікації A і будують криву залежності A від концентрації вихідного содового розчину або від температури.

Результати роботи оформляють у вигляді таблиці:

Час від початку каустифікації	Температура каустифікації, °С	Склад розчину г/л				Ступінь дисоціації, А, %
		Вихідного		Кінцевого		
		Na ₂ CO ₃	NaOH	Na ₂ CO ₃	NaOH	

Контрольні питання

1. Які ви знаєте формули для визначення швидкості реакцій гомогенних і гетерогенних процесів?
2. Які ви знаєте елементарні етапи хіміко-технологічного процесу і їх характерні особливості для гомогенних і гетерогенних процесів?
3. Які ви знаєте методи одержання їдкого натру?
4. В чому полягає суть вапняного методу одержання їдкого натру?
5. Як змінюється константа рівноваги реакції зі зміною температури?
6. На чому базується метод титрування однієї проби з двома індикаторами?
7. Як визначається вміст карбонату натрію в пробі?
8. Якими умовами визначається рівновага процесу каустифікації?
9. Як визначають загальну лужність содового розчину?
10. Яка методика визначення вмісту їдкого натру?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

Синтези органічних речовин

Мета роботи: навчитися виконувати синтез органічних речовин, що є поширеними цільовими продуктами у промисловості.

I. Синтез формальдегідних смол

Обладнання: пробірка, скляна трубка, пробіркотримач, спиртівка, скляна паличка, фільтрувальний папір.

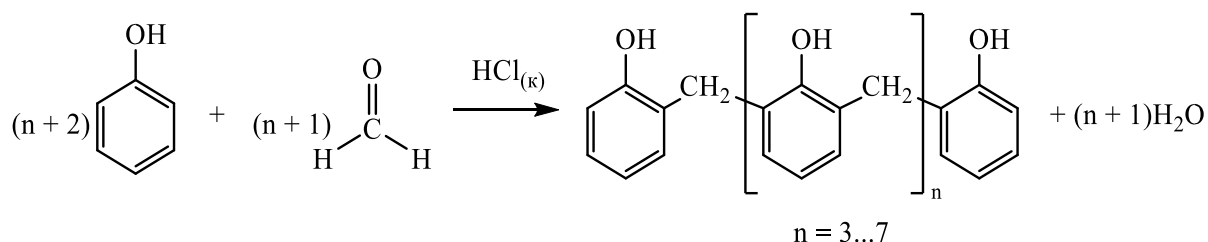
Реактиви: фенол (крист.), 40 %-вий розчин формаліну, соляна кислота (конц.).

Теоретична частина

Фенолоформальдегідні смоли отримують способом поліконденсації у розчині, оскільки мономер (фенол і формальдегід) знаходяться у водній фазі. Каталізатор (кислота або луг) також розчинні у реакційному середовищі (гомогенний каталіз). Поліконденсація у розчині – перспективний метод синтезу полімерів. Вона перебігає за м'яких температурних умов, не потребує використання вакууму та інертних газів. Однак така реакційна система гомогенна лише спочатку, а потім утворюється гетерогенна система: більш важка рідка олігомерна фаза і водна фаза – надсмольна вода. У склад водної фази, крім води, входять фенол і формальдегід, що не прореагували, а також розчинні продукти конденсації.

Реакція фенолу з формальдегідом – низькотемпературна (нижче 100 °C) необоротна поліконденсація, за якої вода, що виділяється під час процесу, чинить невеликий позитивний ефект на швидкість реакції. Процес є складною сукупністю послідовних і паралельних реакцій. Головні фактори, які визначають механізм реакції, структуру і властивості одержаних олігомерів, – природа каталізатора і молярне співвідношення фенолу й формальдегіду. Залежно від цього одержують новолачні і резольні фенолоформальдегідні смоли.

Під час поліконденсації фенолу з формальдегідом у кислому середовищі і молярному надлишку фенолу утворюються лінійні олігомери – новолачні смоли.



Термопластичні новолачні смоли можна перевести у термореактивний стан, перетворити лінійні олігомери на тривимірні, зшиті полімери (резит). Для цього зазвичай проводять тверднення новолаків шляхом їх нагрівання з уротропіном.

Під час поліконденсації фенолу з молярним надлишком формальдегіду у лужному середовищі утворюються термореактивні олігомери – резольні смоли, які за умови нагрівання або на холоді у присутності кислот і основ переходять у стан резиту.

Порядок виконання роботи

У пробірку поміщають 2 г кристалічного фенолу, 3 мл 40 %-го формаліну і декілька крапель концентрованої соляної кислоти як каталізатора. Пробірку закривають пробкою з довгою вертикальною трубкою і обережно нагрівають на невеликому полум'ї. Суміш стає однорідною, через деякий час мутніє. Припинивши нагрівання, дають суміші розшаруватись, після чого зливають верхній водний шар і окремо на аркуш паперу або картону виливають утворену смолу. Після охолодження смола твердне. Отриману смолу зважують на вагах та розраховують вихід смоли за рівнянням хімічної реакції.

II. Отримання бромостану

Обладнання: колба круглодонна на 50 мл, колба плоскодонна на 50 мл, холодильник, водяна баня, ділильна воронка.

Реактиви: етиловий спирт, сірчана кислота (конц.), дистильована вода, бромід калію (або бромід натрію).

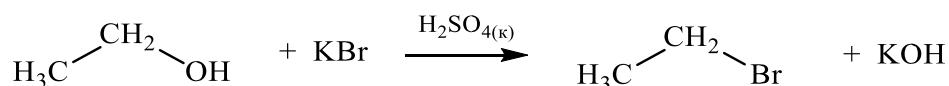
Теоретична частина

Галогенопохідні органічні сполуки широко застосовуються в лабораторній практиці та промисловості. Зумовлено це тим, що галогенопохідні сполуки можна добути з інертних парафінових, олефінових, нафтинових та ароматичних речовин.

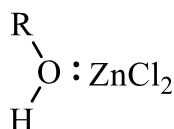
Бромопохідні сполуки можна добувати за допомогою вільного бромоводню, а також неорганічних та органічних бромідів. Із бромопохідних добувають різноманітні речовини: аміни, феноли, олефіни тощо.

Бромоетан (або етилбромід) одержують у промисловості з етилену або етанолу. Це рідина з температурою кипіння 38,4 °С, яку застосовують для приготування розчину тетраетилплумбуму, що додається до моторних палив для підвищення їх октанового числа.

У процесі одержання бромоетану з етанолу необхідний каталізатор, що може також виступати як водовіднімаючий агент для зміщення рівноваги в бік утворення продукту. Таким каталізатором є сірчана кислота, яка одночасно генерує HBr із броміду натрію:



Для рідкофазного гідрогалогенування спиртів інколи використовують як каталізатор насичений розчин ZnCl_2 у соляній кислоті, а для газофазних процесів – ZnCl_2 на поруватих носіях. Роль хлориду цинку як апротонної кислоти полягає у безпосередній активації молекули спирту:



або в утворенні сильної кислоти H_2ZnCl_4 , що протонує спирт.

Порядок виконання роботи

У колбу місткістю 50 – 100 мл поміщують суміш етилового спирту з сірчаною кислотою (8 – 10 мл), додають поступово 3 мл води і 5 г броміду калію (або броміду натрію). Закривають колбу пробкою з холодильником, кінець якого опускають у колбу або пробірку з сумішшю льоду і води (рис. 7)

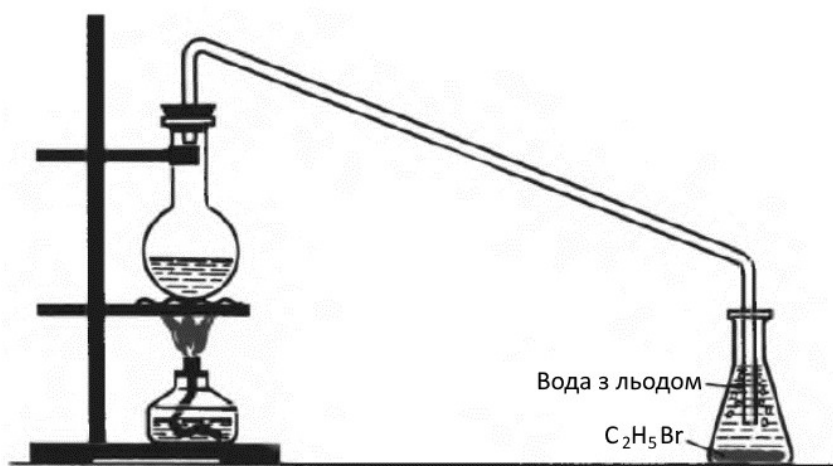


Рис. 7. Установка для отримання бромоетану

Обережно нагрівають суміш на водяній бані. Варто слідкувати за конденсацією парів бромоетану в холодильнику й утворенням шару важкої рідини під водою у приймачі. Коли маслянисті краплі перестануть переходити у приймач, припиняють нагрівання.

Місткість приймача (без льоду!) переливають у ділильну лійку, дають рідині відстоятися і відділяють нижній шар бромоетану. Визначають об'єм одержаного бромоетану, розраховують із використанням довідкових даних масу продукту і розраховують вихід за рівнянням реакції.

III. Отримання оцтової кислоти

Обладнання: пробірка (2 шт.), лабораторний штатив, газовідвідна трубка, спиртівка.

Реактиви: ацетат натрію, сірчана кислота (розв.).

Теоретична частина

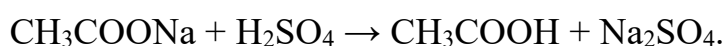
Оцтова кислота повністю змішується з водою і багатьма органічними розчинниками, кипить за 118 °С, замерзає за 16,6 °С. Вона є однією з найважливіших аліфатичних кислот і широко використовується у харчових цілях, як розчинник, проміжний продукт для синтезу монохлороцтової кислоти, розчинників – естерів оцтової кислоти (етилацетат, бутилацетат тощо), мономерів (вінілацетат) тощо.

Назва кислоти утворена словом оцет, що походить від лат. *acetum* – кисле вино. За номенклатурою IUPAC вона має систематичну етанова кислота, котра

характеризує сполуку як похідну етану. Оскільки молекула кислоти має у своєму складі функціональну групу ацетил CH_3CO (умовне позначення *Ac*), її формула також може записуватися як *AcOH*.

Раніше оцтову кислоту одержували сухою перегонкою деревини і біохімічним окисненням етанолу. Поширеним синтетичним методом одержання оцтової кислоти є взаємодія метанолу й CO за реакцією карбонілювання. До того ж застосовують метод прямого окиснення ацетальдегіду з утворенням суміші оцтового ангідриду й оцтової кислоти. Отже, одночасно утворюються два промислово цінні продукти.

Оцтову кислоту у газовій фазі одержують під час нагрівання за реакцією ацетатів лужних металів із більш сильними кислотами, що здатні витіснити оцтову кислоту з її солей:



Застосування оцтової кислоти досить різноманітне. У хімічній промисловості з неї виробляють ластичні маси, різні барвники, лікарські речовини, штучне волокно (ацетатний шовк), незаймисту кіноплівку та багато інших речовин. Солі оцтової кислоти – ацетати алюмінію, хрому, феруму – застосовують як протраву при фарбуванні тканин. Оцтова кислота має широке застосування і як розчинник. Кислота застосовується при солянокислотних обробленнях привибійних зон пласта як стабілізатор (з метою стабілізації продуктів реакції) від випадання складновилучуваних гелеподібних сполук заліза (осаду).

У харчовій застосовується як консервант, регулятор кислотності та смакова приправа; в Європейській системі харчових добавок оцтова кислота має код E260.

Порядок виконання роботи

Поміщають у пробірку 3 – 4 г ацетату натрію і додають 2 – 3 мл розчину сірчаної кислоти. Пробірку закривають пробкою з газовідвідною трубкою, вільний кінець якої опускають у порожню пробірку (рис. 8).



Рис. 8 . Установка для отримання оцтової кислоти

Нагрівають суміш речовин на полум'ї до тих пір, поки у пробірці-приймачі збереться 1 – 2 мл рідини. Відчувається характерний запах оцтової кислоти. Визначають об'єм одержаної рідини, розраховують із використанням довідникових даних масу оцтової кислоти і розраховують вихід за рівнянням хімічної реакції.

Контрольні питання

1. Чому фенолоформальдегідні пластмаси переробляються в вироби переважно способом гарячого пресування, а не лиття під тиском?
2. Охарактеризуйте найважливіші пластмаси, які одержують із фенолформальдегідної смоли, і вкажіть галузі їх застосування.
3. Яких заходів техніки безпеки слід дотримуватися під час отримання бромостану?
4. Охарактеризуйте хімічні властивості галогеновуглеводнів (на прикладі бромостану). Наведіть рівняння реакції і вкажіть умови: а) взаємодії з металічним натрієм, магнієм; б) реакцій нуклеофільного заміщення; в) дегідрогалогенування.
5. Опишіть фізичні та хімічні властивості оцтової кислоти.
6. Які особливості застосування оцтової кислоти?
7. Які методи синтезу оцтової (етанової) кислоти?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7

Омилення і гідроліз

I. Отримання мила

Мета роботи: опанувати технологію отримання твердого мила з жиру рослинного походження.

Обладнання: порцеляновий стакан, хімічний стакан об'ємом 100 та 150 мл (2 шт.), скляні палички.

Реактиви: жир, гідроксид натрію, етиловий спирт, насичений розчин хлориду натрію ($\rho = (1,16 - 1,18) \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$)

Теоретична частина

Сировиною для отримання звичайного мила, яке використовується в побуті під час прання і миття, слугують жири тваринного (тверді за консистенцією) або рослинного (рідкі) походження. Жири є складними ефірами гліцерину та вищих карбонових кислот. У склад тваринних жирів входять суміші насичених карбонових кислот (лаурилова $\text{C}_{11}\text{H}_{23}\text{COOH}$, пальмітинова $\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOH}$, стеаринова $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$), а у склад рослинних жирів – ненасичених (олеїнова $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COOH}$, гексадецинова $\text{C}_{15}\text{H}_{29}\text{COOH}$, лінолева $\text{C}_{17}\text{H}_{29}\text{COOH}$).

Оскільки наразі основною сировиною для отримання мила є рослинні жири, їх попередньо гідрують воднем у присутності каталізатора (наприклад, нікелю) і отримують тверді жири, що називаються саломолом. Отримання мила проводять у декілька стадій:

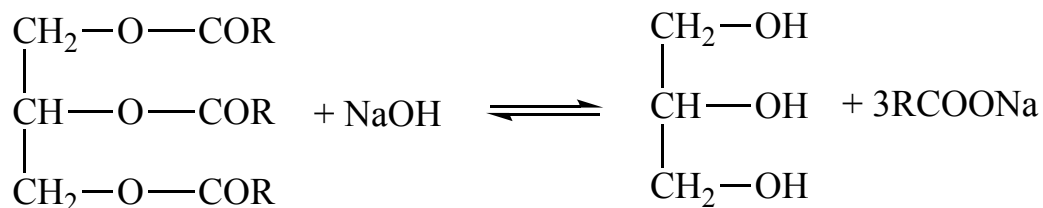
- 1) гідроліз, розщеплення жирів водяною парою в автоклавах за температури 523–573 К і тиску $25 \cdot 10^5$ і $30 \cdot 10^5$ Па;
- 2) очищення отриманих жирних кислот;
- 3) омилення кислот гідроксидом натрію або калію (або кальцинованою содою).

Мило і синтетичні мийні засоби належать до так званих поверхнево-активних речовин (ПАР). Їхнє широке застосування часто пов'язують із забрудненням водойм, докільля фосфатами, які у водоймах перетворюються на речовини, що

живлять мікроорганізми. Вони починають швидко розмножуватись. А це спричинює заболочення водойм. Через це сучасні мийні засоби повинні хімічно чи біологічно розкладатися на нешкідливі речовини, що не забруднюють стоки.

Додатково у складі мила можуть бути наповнювачі, барвники, ароматизатори, дезінфікуючі та лікувально-профілактичні добавки (хна, борна кислота, гліцерин, ланолін, сірка, спермацет, гексаметафосфат тощо).

Схематично отримання мила можна виразити реакцією:



де $\text{R} = \text{C}_{15}\text{H}_{31}$; $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$ та ін.

Натрієві або калієві солі вищих жирних кислот є жировим звичайним милом. Натрієве мило – тверде, калієве – рідке. Сорт мила залежить від складу в ньому жирних кислот, який виражається у відсотках. У промисловості випускають 72%-, 70%- і 60%-ве мило. У високоякісне господарське і туалетне мило додають барвники та віддушки.

Порядок виконання роботи

Гідроліз жирів здійснюють спиртовим розчином гідроксиду натрію. Для цього зважують 6 г жиру, переносять у порцеляновий стакан і нагрівають на водяній бані до розплавлення. Готують розчин NaOH шляхом розчинення 2,5 г NaOH у 6 мл H_2O і 15 мл $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$. Спиртовий розчин NaOH доливають під час перемішування до розплавленого жиру. Отриманий розчин кип'ятять протягом 10 – 15 хв, додають до нього розчин NaCl , приготованого з 15 мл води та 5,4 г NaCl , і охолоджують у бані з водою.

Утворений на поверхні шар мила дістають зі стакана, ретельно висушують фільтрувальним папером і зважують. Окремо зважують стакан з маточним розчином і визначають масу залишкової води з розчиненими у ній надлишком NaOH , етанолом і NaCl .

Після закінчення роботи розраховують вихід мила на взятий жир згідно з рівнянням реакції і складають матеріальний баланс (табл. 5). Під час розрахунку матеріального балансу варто вважати, що жир у реакції витрачається повністю, а весь гліцерин, що утворюється в реакції, сорбується на осаді мила.

Таблиця 5.

Матеріальний баланс процесу одержання мила

Прибуток			Витрата		
Речовина	г	%	Речовина	г	%
Жир			Мило, зокрема:		
NaOH			RCOONa		
C ₂ H ₅ OH			Гліцерин		
NaCl			H ₂ O		
H ₂ O			Маточний розчин, Можливі втрати		
Всього			Всього		

II. Визначення вмісту жирних кислот в милі

Мета роботи: опанувати методику визначення вмісту жирних кислот (якісного числа) у господарському або туалетному милі.

Обладнання: електроплита, хімічний стакан, скляна паличка.

Реактиви: туалетне або господарське мило, хлоридна кислота.

Теоретична частина

Відповідно до ДСТУ ISO 685:2004, експертиза якості туалетного мила виконується за органолептичними та фізико-хімічними показниками з використанням інструментальних вимірювальних методів.

До органолептичних показників якості мила належать зовнішній вигляд, форма, колір і запах, відповідність пакування та маркування нормативним вимогам.

Фізико-хімічні показники якості мила – це якісне число, вміст хлориду натрію, содопродуктів, титр мила, здатність до піноутворення.

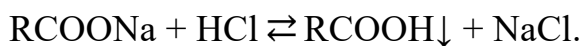
Якісне число мила – це масова частка жирних кислот у перерахунку на номінальну масу шматка у 100 г. Для групи «Екстра» якісне число становить не менше ніж 78 г, для групи «Дитяче», «I» та «II» – не менше ніж 74 г. Для рідких туалетних мил вміст жирних кислот визначається також у відсотках і повинен бути в межах 16,0 – 21,0 %.

У туалетних милах не допускається великий залишок вільного луку (не більше ніж 0,05 %) і неомиленого жиру (не більш ніж 0,2 %) для твердого мила. Для рідких мил цей показник – не більше ніж 1,5 %.

Титр мила (титр жирних кислот) – це температура застигання жирних кислот, виділених із мила. Він характеризує правильність підбору складу жирової суміші мила. Якість мила, його твердість, розчинність, стиранність, піноутворення, утримання початкових властивостей під час довготривалого зберігання значною мірою визначаються складом жирової суміші, підібраної для мила. Титр жирних кислот жирової суміші туалетних мил повинен бути в межах 36 – 41 °С. Мило з нижчим титром є недостатньо твердим і швидко витрачається, а за умови вищого титру знижується розчинність та мийна здатність.

Порядок виконання роботи

В основі роботи лежить реакція гідролізу мила:



Зважують 5 г туалетного або господарського мила, нарізають його тонкими смужками і поміщають у стакан об'ємом 100 мл. Додають 50 мл дистильованої води і нагрівають на електроплиті до повного розчинення мила. До отриманого розчину краплями додають 10 мл хлоридної кислоти (1 : 1), вставляють у стакан із розчином скляну паличку і продовжують нагрівати до утворення на поверхні маслянистого шару. Потім стакан охолоджують, витягають паличку та через отвір, який утворився, зливають рідину. Жирні кислоти, які залишились у стакані, переносять на фільтрувальний папір і висушують за кімнатної температури. Отримані жирні кислоти зважують і розраховують якісне число мила (ЯЧ, г/100 г мила) за формулою:

$$\text{ЯЧ} = \frac{m_{\text{жк}}}{m_{\text{мила}}} \cdot 100,$$

де $m_{\text{жк}}$ – маса жирних кислот після гідролізу, г; $m_{\text{мила}}$ – маса наважки мила, взятої для аналізу, г; 100 – коефіцієнт для перерахунку на 100 г мила.

Визначають температуру топлення жирних кислот (титр мила). Порівнюють одержані значення якісного числа і титру мила з нормативними.

Контрольні питання

1. Які основні вимоги висуваються до жирової рецептури твердого і рідкого господарського мила?
2. Які жирні кислоти необхідні в жировому наборі твердого туалетного мила?
3. У чому особливість еталонної рецептури туалетного мила?
4. Охарактеризуйте стадії виробництва мила.
5. На які групи розділяють показники якості мила? Назвіть основні показники.
6. Що таке якісне число мила?
7. Як розраховують якісне число мила?
8. Який оптимальний титр мила?
9. Яка оптимальна масова частка жирних кислот у милі?
10. Від яких показників залежить якість мила?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 8

Визначення йодного числа у нафтопродуктах

Мета роботи: установити йодне число і вміст ненасичених вуглеводнів у нафтопродуктах – гасі та петролейному ефірі.

Обладнання: крапельниці (2 шт.), конічні колби зі шліфованою пробкою на 250 мл (2 – 3 шт.), бюретки на 50 мл (2 шт.), піпетка на 5 мл, циліндр на 25 мл, хімічна воронка.

Реактиви: етанол, розчин тіосульфату натрію концентрації 0,1 моль/л або 0,25 моль/л, водний (свіжоприготовлений) розчин крохмалю (0,5 %-ий), спиртовий

розчин йоду (20 г йоду в 1 л етанолу), дистильована вода, розчин йодиду калію (10 %-ий).

Теоретична частина

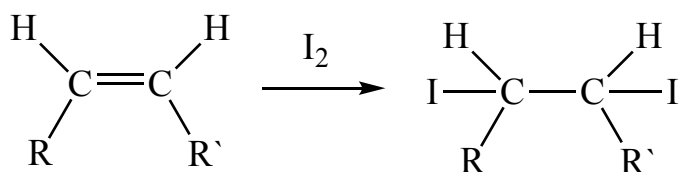
Йодне число – одиниця, за допомогою якої оцінюють вміст ненасичених вуглеводнів у паливі (бензині, дизелі), тобто нафтопродуктах. Йодне число виражається у кількості грамів йоду, яка може приєднатися за ненасиченими зв'язками до досліджуваної речовини масою 100 г. Чим більшим є йодне число, тим більший ступінь ненасиченості сполук у речовині.

Від хімічного складу нафтопродуктів залежить їх стабільність, тобто здатність зберігати свої якісні характеристики під час транспортування, зберігання й експлуатації. Основна причина малої стабільності – присутність у складі нафтопродуктів ненасичених вуглеводнів.

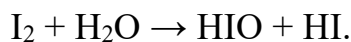
Аналізи з визначення хімічного складу переважно проводяться на нафтопереробних заводах під час підбору сировини для виготовлення ароматичних речовин і контролю цього виробництва. Для низки палив у стандартах передбачається характеристика групового вуглеводного складу, тобто вміст у них вуглеводнів окремих класів.

Майже для всіх світлих палив йодне число нормується як показник наявності в них ненасичених вуглеводнів, що обумовлюють хімічну нестійкість цих продуктів. Під впливом температури, кисню повітря, каталітичної дії металів, світла та інших факторів ненасичені вуглеводні швидко окиснюються і полімеризуються. Це призводить до утворення смол у паливі та погіршення їх експлуатаційної здатності. Для 100 мл дизельного палива йодне число має бути не більше 6 г.

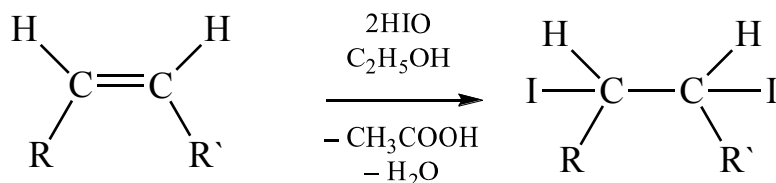
Взаємодію йоду з ненасиченими вуглеводнями можна подати у вигляді хімічного рівняння:



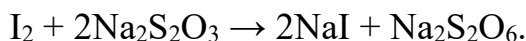
Визначення йодного числа передбачає обробку досліджуваного палива спиртовим розчином йоду, який взаємодіє з водою з утворенням гіпойодидної кислоти за реакцією:



Утворена гіпойодидна кислота вступає у взаємодію з ненасиченими сполуками за місцем подвійних зв'язків швидше, ніж йод, за рівнянням:

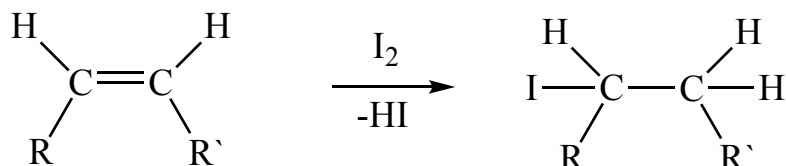


Надлишок йоду титрують розчином тіосульфату натрію:



Визначення необхідно проводити дуже швидко з дотриманням всіх рекомендованих умов.

Необхідно мати на увазі, що точність методу недостатня, оскільки можливе протікання побічних реакцій заміщення на світлі, що призводить до завищених результатів:



З іншого боку, через погану розчинність деяких палив у спирті можливе одержання занижених результатів за рахунок неповноти реакції приєднання йоду. До того ж аналіз ускладнюється й леткістю йоду, що потребує проведення реакції з дотриманням запобіжних заходів – у закритому посуді та з низьким потраплянням прямих сонячних променів.

Порядок виконання роботи

Нафтопродукт фільтрують через вату (для видалення вологи), наливають у крапельницю і зважують. Наважку досліджуваного продукту треба брати залежно від пропонованого йодного числа: 2 – 4 г за умови значення йодного числа до 5 г йоду на 100 г нафтопродукту і 0,2 – 0,4 г за умови значення йодного числа більше

5 г йоду. Якщо невідомо орієнтовне йодне число, рекомендують проводити паралельно два аналізи (з різними наважками).

У конічну колбу (з пробкою на шліфу) з 15 мл етанолу приливають із крапельниці 10 – 15 крапель нафтопродукту. Крапельницю знову зважують і за різницею мас визначають наважку. Потім у колбу приливають із бюретки 25 мл спиртового розчину йоду, щільно закривають колбу пробкою, попередньо змоченою розчином йодиду калію, і обережно струшують колбу. Після цього додають 150 мл дистильованої води, закривають колбу пробкою, збовтують протягом 5 хв і залишають у спокої на 5 хв. Пробку і стінки колби обмивають невеликим об'ємом дистильованої води. Вміст колби титрують розчином тіосульфату натрію. Коли рідина в колбі стане світло-жовтого кольору, приливають у колбу 1 – 2 мл розчину крохмалю і продовжують титрувати до зникнення синьо-фіолетового кольору. Для визначення йодного числа проводять контрольний дослід так само, як описано вище, але без нафтопродукту.

Йодне число досліджуваного нафтопродукту (ЙЧ, %) визначають за формулою:

$$\text{ЙЧ} = (V - V_1) \cdot C \cdot M \cdot \frac{100}{m},$$

де V – об'єм розчину тіосульфату натрію, 0,1 або 0,25 моль/л, витраченого на титрування в контрольному досліді, л;

V_1 – об'єм розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування досліджуваного нафтопродукту, л;

C – концентрація розчину тіосульфату натрію, моль/л;

M – молярна маса йоду, г/моль; m – маса наважки досліджуваного продукту, г.

Вміст у нафтопродуктах ненасичених вуглеводнів ω визначають за формулою:

$$\omega = \text{ЙЧ} \cdot \frac{M}{254},$$

де M – середня молекулярна маса ненасичених вуглеводнів досліджуваного нафтопродукту;

151 – середня молекулярна маса гасу

82 – середня молекулярна маса петролейного ефіру

254 – молекулярна маса йоду.

Одержане значення йодного числа порівнюють з нормативним.

Контрольні питання

- 1.Що характеризує йодне число?
- 2.На які характеристики палива впливають ненасичені сполуки в його складі?
- 3.Опишіть хімічні процеси, що лежать в основі визначення йодного числа.
- 4.Які побічні процеси знижують точність визначення йодного числа за зазначеною методикою?
- 5.Оцініть можливість використання бром у для виконання методики, аналогічної визначенню йодного числа.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9

Добування кофеїну з чаю

Мета роботи: опанувати технологію добування кофеїну з природної сировини.

Обладнання: порцелянова чашка, хімічні стакани об'ємом 150 мл, вата, фільтрувальний папір, скляні палички, ділильна воронка, штатив, електроплита, водяна баня.

Реактиви: чай (7 г), оксид магнію (3,5 г), хлороформ (60 мл), сірчана кислота (розв., 10 мл), натрій гідроксид (розв., 20 мл), пероксид водню, аміак.

Теоретична частина

Екстракція – процес вилучення одного або кількох компонентів з розчинів або з твердих сумішей за допомогою вибіркового розчинників (екстрагентів). Спосіб ґрунтується на різній розчинності речовин у розчиннику або в двох різних розчинниках, які не змішуються між собою.

Наприклад, оцтова кислота добре розчиняється у воді і в органічних розчинниках – бензолі, спирті. Для екстракції оцтової кислоти з її водного розчину

вибирають розчинник, який не змішується з водою – бензен. Тоді при доданні бензену до водного розчину CH_3COOH кислота перейде в бензеновий шар. Повторюючи цю операцію кілька разів, можна видалити з води практично всю оцтову кислоту.

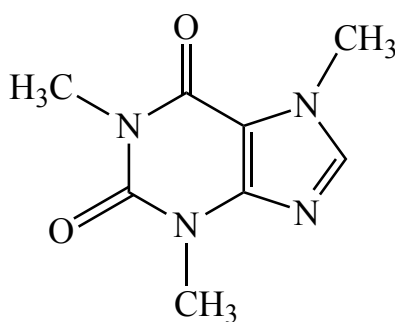
Із суміші кількох речовин також можна виділити одну з них, підібравши розчинник, який розчиняє лише цю речовину і не розчиняє інші.

Розчинник для екстрагування (екстрагент) повинен задовольняти певні вимоги:

- екстрагент і розчин повинні значно відрізнятись за густиною;
- розчинність речовини, яку видаляють в екстрагенті, має бути значно вищою, ніж у розчині;
- екстрагент повинен мати не дуже високу температуру кипіння.

Як екстрагенти найчастіше застосовують бензен, дихлоретан, діетиловий етер, хлороформ, етилацетат тощо.

Кофеїн (кавеїн) – ксантиновий алкалоїд, міститься в бобах кавового дерева, у листі чаю, мате, ягодах гуарани, а також у невеликих кількостях у какао та горіхах кола; збудник центральної нервової системи, складова тонізуючих напоїв та лікарських засобів для полегшення дихання. У рослинах кофеїн має значення як природний пестицид, який сковає та вбиває комах-паразитів.



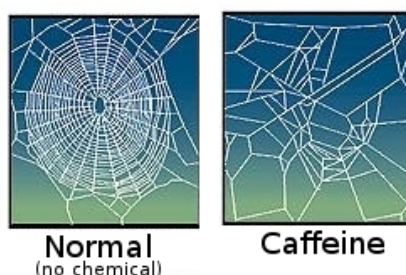
Кофеїн – безбарвна кристалічна речовина з гірким смаком, за структурною будовою – гетероциклічний алкалоїд пуринового ряду. Вперше добутий з кавової витяжки 1821 року.

Кофеїн (1,3,7-триметил-2,6-діоксипурин) – найбільш важлива похідна сполука пурину. Вміст його в листі чаю досягає 3 %, в зернах кави – 1,5 %. Кофеїн застосовується в медицині як засіб, що збуджує серцеву діяльність.

Кофеїн екстрагують із відходів чаю (чайний пил, обрізки листя і непридатні для харчових цілей листя чаю), кавових зерен. Залежно від хімічного складу чайного листа визначається виробничий метод отримання кофеїну. Склад чайного листа різноманітний. Крім алкалоїдів, у нього входять дубильні речовини (чайний танін) і пектинові речовини, які вилучаються екстракцією разом з алкалоїдами, а ще хлорофіл і супутні йому пігменти, глікозиди, смолисті речовини та невелика кількість ефірного масла.

Кофеїн – алкалоїд рослинного походження, наявний в деяких рослинах, найвідоміші з яких кавове дерево, чай, какао. Мате та гуарана як джерела кофеїну використовуються рідше, переважно для приготування чаю і, останнім часом, енергетичних напоїв. Інші назви кофеїну – матеїн і гуаранін – походять від назв цих двох рослин, відповідно. Головні джерела кофеїну для сучасної людини – це чай, кава і шоколад. У своєму науковому дослідженні безпеки кофеїну 2015 року, Європейський орган з безпеки харчових продуктів (EFSA) виявив, що сукупна кількість кофеїну, яку вживають діти та підлітки з енергетичних напоїв, незначна. На сьогоднішній день найбільше кофеїну споживається з інших джерел: кави, чаю, шоколаду і коли. І це стосується людей будь-якого віку.

За даними видання NewScientist від 29 квітня 1995 р. «Spiders on speed get weaving» кофеїн має виразний вплив на павуків:



Якщо кофеїн є відносно безпечним для людей, то для деяких тварин – собак, коней, папуг через набагато слабшу здатність до метаболізму кофеїну, ця речовина значно токсичніша.

Незважаючи на можливість одержання кофеїну з рослинної сировини, в низці країн пуринові алкалоїди виробляють синтетичним шляхом. Вихідним

матеріалом у цьому разі зазвичай слугує сечова кислота, гуанін, ціаноцтова кислота та її естери.

Порядок виконання роботи

До тонко подрібненого чаю доливають суспензію магній оксиду (2 г MgO у 25 мл води), 75 мл води і кип'ятять 10 – 15 хв. Водний розчин фільтрують через ватний тампон. Кип'ятіння повторюють ще два рази з новими порціями води по 35 мл. Об'єднану водну витяжку підкислюють 5 мл розведеної сірчаної кислоти і концентрують у випарювальній чашці на водяній бані до однієї третини об'єму (рис. 9).

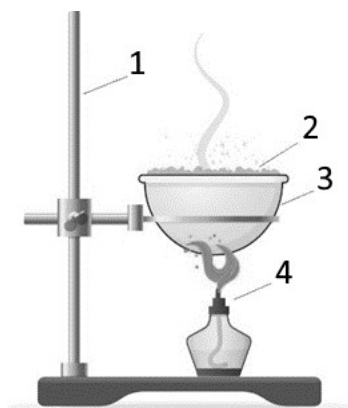


Рис. 9. Установка для випарювання:

- 5. штатив;
- 6. випарювана суміш;
- 7. порцелянова чашка;
- 8. спиртівка

Гарячий розчин фільтрують через складчастий фільтр і витяжку двічі екстрагують хлороформом (рис. 10). На кожну екстракцію витрачають 15 мл розчинника. Хлороформову витяжку промивають спочатку 10 мл розведеного лугу, а потім такою самою кількістю води. Розчинник відганяють на водяній бані. Вихід продукту близько 0,1 г.

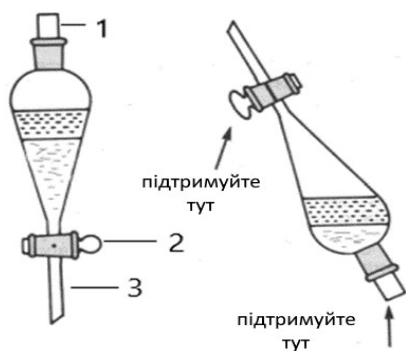


Рис. 10. Установка для екстракції (ділильна лійка)

- 1. корок;
- 2. поворотний кран;
- 3. носик;

Якісна реакція. До 10 мг кофеїну доливають десять крапель 5 %-го гідроген пероксиду, одну краплю 25 %-ої соляної кислоти і випарюють на водяній бані. Зволожують осад невеликою кількістю водного розчину аміаку. З'являється пурпурове забарвлення, що зумовлено утворенням амонійної солі – тетраметилалоксантину.

Фармацевти також ідентифікують за ІЧ-спектром поглинання; за реакцією з калію йодидом та кислотою хлористоводневою розведеною (коричневий осад, що розчиняється при нейтралізації розчином натрію гідроксиду розведеним); реакцією з ацетилацетоном, розчином натрію гідроксиду розведеним та диметиламінобензальдегідом при нагріванні (інтенсивне синє забарвлення), реакцією на ксантини з розчином водню пероксиду концентрованим, кислотою хлористоводневою розведеною та аміаком розведеним (червоно-фіолетове забарвлення).

Контрольні питання

1. Які фізичні та хімічні властивості має кофеїн?
2. У яких природних джерелах міститься кофеїн?
3. У чому полягає метод екстракції?
4. Яку роль відіграє суспензія оксиду магнію у наведеній методиці?
5. Опишіть виконання якісної реакції на кофеїн.
6. Які відомі методи ідентифікації кофеїну?

ЗРАЗОК ОФОРМЛЕННЯ РОБОТИ

Перекристалізація щавлевої кислоти

Мета роботи: Навчитися проводити гравіметричний аналіз для визначення масової частки сульфат-іонів, закріпити навчки фільтрування, прожарювання осаду та обчислення масової частки компонент.

Обладнання та реактиви: Хімічні стакани, фільтрувальний папір, скляна паличка, тигель, штатив, спиртівка, ваги аналітичні, осаджувач (розчин BaCl_2), зразок мінеральної води, дистильована вода.

Теоретична частина

Перекристалізацію застосовують для очищення твердих речовин. У порівнянні з іншими методами вона найбільш універсальна, відносно мало трудомістка, при правильному проведенні забезпечує високий ступінь очищення. Проте інколи при перекристалізації можливі значні втрати речовини. Цей метод ґрунтується на різниці у розчинності речовини, яку очищають, у певному розчиннику за різних температур: без нагрівання та при нагріванні до температури кипіння розчинника.

Для проведення перекристалізації використовують спеціальний хімічний посуд та лабораторне обладнання. Процес перекристалізації здійснюють у кілька стадій:

- вибір розчинника;
- приготування насиченого гарячого розчину;
- "гаряче" фільтрування;
- охолодження розчину;
- відділення кристалів, що утворилися;
- промивання кристалів чистим розчинником;
- висушування.

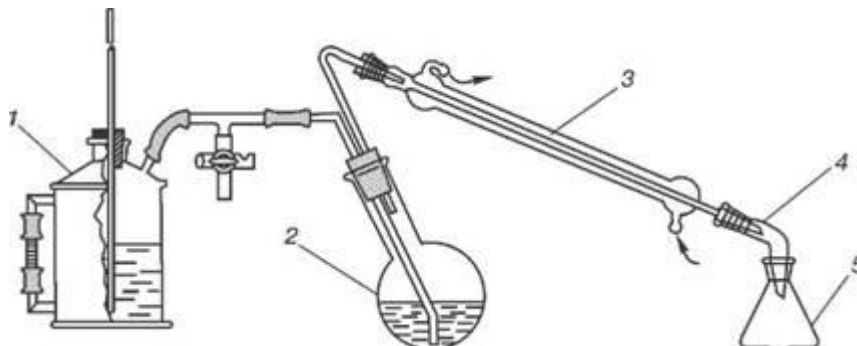
Перегонка з водяною парою застосовується для виділення і очищення нерозчинних і малорозчинних у воді висококиплячих речовин, які розкладаються при перегонці при атмосферному тиску. Це найефективніший метод очищення таких речовин від смолистих домішок, а також розділення природних масел і смол на фракції. Перегонку з парою можна застосовувати і для розділення суміші висококиплячих речовин, з яких лише одна відганяється з парою.

Згідно із законом Дальтона сумарний тиск (P) пари суміші, яка переганяється, є сумою парціальних тисків пари води (P_v) та нерозчинної у воді речовини (P_a):

$$P = P_v + P_a.$$

Температура кипіння такої суміші при атмосферному тиску завжди буде нижче $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, тобто цей спосіб дозволяє розділяти висококиплячі рідини, які нестійкі за температур, вище $100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Установка для перегонки з водяною парою наступна:



В колбу для перегонки із сумішшю води та речовини подають гарячу водяну пару. Утворена парова суміш направляється у похилий холодильник для конденсації, в результаті чого утворюється суміш двох нерозчинних одна в одній речовин, які легко розділяються.

Для отримання пари застосовують металевий паровик, який обладнаний запобіжною трубкою, що доходить практично до його дна і захищає систему від різкого підвищення тиску (наприклад, у випадку, коли трубка, що відводить пару, заб'ється смолою або твердими частинками, або у холодильнику утворюються кристали речовини тощо). Паровик заповнюють водою на $2/3$ об'єму і нагрівають до кипіння.

Колбу для перегонки закріплюють похило ($\approx 60^{\circ}$ до горизонтальної площини), щоб бризки через паровідвідну трубку не потрапляли в холодильник. Речовину разом з невеликою кількістю води поміщають в колбу для перегонки ($1/5$ об'єму колби), яку щільно закривають гумовою пробкою з двома трубками – одна з них з'єднується з паровиком (після закипання в ньому води), а інша – з холодильником. При перегонці твердих речовин алонж не використовують. Щоб водяна пара не конденсувалася у колбі, її можна підігрівати за допомогою електронагрівача (колбонагрівача). Подачу води в холодильник припиняють, якщо спостерігається затвердіння конденсату в холодильнику. Після розплавлення конденсату воду для охолодження холодильника включають дуже обережно, щоб

холодильник не тріснув через різкий перепад температур. Перегонку припиняють тоді, коли почне переганятися прозорий дистилат. Після закінчення перегонки від'єднують гумову трубку паровика, а потім припиняють його нагрівання, інакше при охолодженні в ньому створюється вакуум і рідина з колби для перегонки може бути втягнута до паровика.

Інколи закінчення процесу перегонки визначають за допомогою якісних реакцій. Так, наприклад, при перегонці аніліну закінчення процесу контролюють за допомогою бромної води – при наявності аніліну відбувається знебарвлення бромної води і утворення осаду 2,4,6-триброманіліну.

Далі відділяють органічну речовину від води:

- фільтруванням, якщо продукт за кімнатної температури твердий, з наступним висушуванням та зважуванням;
- екстракцією, якщо продукт рідкий, з наступним висушуванням екстракту та фракційною перегонкою.

Кристалогідрат щавлевої кислоти легше втрачає кристалізаційну воду при висушуванні, ніж кристалогідрат оксалату амонію, і тому застосовувати його в якості вихідної речовини зазвичай не рекомендують.

Кристалогідрат щавлевої кислоти $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ при зберіганні вивітрюється. Тому перед приготуванням розчину точної концентрації кислоту перекристалізують.

Щавлева кислота кристалізується з двома молекулами води, а кристали бурштинової кислоти безводні. Кристалогідрати щавлевої кислоти досить легко втрачають кристалізаційну воду, внаслідок цього іноді воліють застосовувати бурштинову кислоту, Щавлеву кислоту після перекристалізації можна сушити в сушильній шафі.

Реактиви. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (техн.), H_2SO_4 (конц.), розчин BaCl_2 , розчин $\text{Ba}(\text{OH})_2$, 0,2 н розчин K_2CrO_4 , розчин розведеної оцтової кислоти, розчин нітрату срібла.

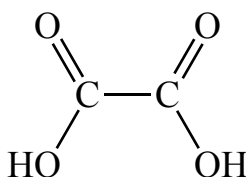
Щавлева кислота – безбарвні призматичні кристали, які втрачають кристалізаційну воду при нагріванні вище 30°C . Кристалогідрат повністю

зневоднюється при $T \approx 100^{\circ}\text{C}$. Щавлева кислота добре розчиняється у воді і у спирті.

Фізичні властивості:

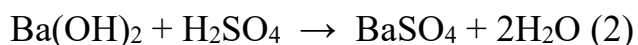
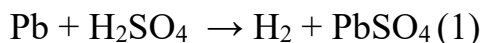
Щавлева кислота (оксалатна кислота) – тверда кристалічна речовина білого кольору без запаху, тоне і легко розчинна у воді (80 г/л). Це слабка кислота, проте є однією з найсильніших органічних кислот. В природі найчастіше міститься у вигляді кальцієвих солей (оксалати).

Структурна формула:



Хід роботи

25 г технічної щавлевої кислоти розчиняють в 60 мл води. Кислота містить домішки важких металів, таких як свинець і ін. Для очистки кислоти додають краплю концентрованої сірчаної кислоти і обережно розчин $\text{Ba}(\text{OH})_2$ до повного осадження іонів SO_4^{2-} . При цьому утворюється осад BaSO_4 , одночасно осаджується і домішки іона Pb^{2+} у вигляді PbSO_4 .



Суміш нагрівають, осад відфільтровують через щільний фільтр. У фільтраті перевіряють присутність надлишку іонів SO_4^{2-} (в окремій пробі дією BaCl_2 в присутності HCl) і йона Ba^{2+} .

Присутність йонів барію перевіряють крапельним методом. 5 крапель фільтрату поміщають на годинникове скло і додають декілька крупинок цинкового пилю. В осад переходять всі метали, що стоять у ряді активності після цинку. На фільтрувальний папір наносять краплю 0,2 н розчину K_2CrO_4 , краплю досліджуваного розчину з годинникового скла, а зверху ще краплю хромату калію. В центр вологої плями поміщають краплю розведеної оцтової кислоти, щоб відмити осад BaCrO_4 від надлишку хромату калію. По діаметру мокрої плями

проводять капіляром з розчином нітрату срібла. У випадку наявності йону Ba^{2+} центр плями забарвлюється в цегляно-червоний колір.

Одержаний фільтрат упарюють на водяній бані при 80 – 85 °С до розчину з густиною 1,1 г/см³. При охолодженні випадають кристали $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$, їх відсмоктують і висушують.

Безводну щавлеву кислоту (гігроскопічні голчасті кристали) одержують нагріванням кристалогідрату до 1000 °С. При 180 °С кислота плавиться і руйнується.

Таблиця загрузки на розчинення:

№	Назва реагенту	С, %	Маса (г), техн.	Маса 100%	Мол. маса	Густи на (г/см ³)	Об'єм (мл)	Кількість молів
1	Щавлева кислота	98	25	24,5	90	1,9	-	0,27
2	Вода	100	60	60	18	1,0	60	3,33

де 98 – концентрація аналітична або прийнята умовно (з розрахунку, що продукт має домішки).

Таблиця загрузки по реакції 1 (з розрахунку, що метал Pb):

№	Назва реагенту	С, %	Маса (г), техн.	Маса, 100%	Мол. маса	Густи-на (г/см ³)	Об'єм	Кількість молів
1	Свинець	98	0,5	0,49	207	-	-	0,00237
2	Сульфат-на кислота	96,5	0,237	0,232	98	1,84	0.127	0,00237

Висновки: На даній лабораторній роботі ми дослідили процес застосування перекристалізації щавлевої кислоти шляхом нагрівання, фільтрації та упарювання розчину. Ознайомились з властивостями щавлевої кислоти, проміжними продуктами реакцій. Окрім цього, засвоїли процеси перерахунку маси чистого та технічного продукту, розрахунку об'єму та кількості молів загрузених реактивів у таблиці загрузки.

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Курс «Основи хімічної технології» на платформі Moodle. URL: <https://moodle.donnu.edu.ua/course/view.php?id=2171> (дата звернення 08.10.2024).
2. Хімічна технологія. Виробничі хіміко-технологічні процеси: навч. посіб. / О. С. Лявинець, О. В. Скрипська, О. В. Кушнір. Чернівці: ЧНУ ім. Ю. Федьковича: Рута, 2019. 167 с.
3. Загальна хімічна технологія. Приклади вирішення задач з використанням MathCAD та MS Excel: навч. посіб. для студентів закл. вищ. освіти / О. В. Кутова, Р. В. Сагайдак-Нікітюк, І. В. Ковалевська; за ред. канд. техн. наук, доц. О. В. Кутової. Харків: НФаУ: Золоті сторінки, 2019, 126 с.
4. Денисюк Р. О. Хімічна технологія: підручник. Житомир: Вид-во ЖДУ ім. І. Франка, 2017. 344 с.
5. Загальна хімічна технологія: навч.-метод. посіб. / В. П. Беженар, О. М. Хацевич. Івано-Франківськ: Вид-во Прикарпатського національного університету ім. Василя Стефаника, 2011. 203 с.
6. Іванов С. В., Манчук Н. М., Борсук П. С. Загальна хімічна технологія: промислові хіміко-технологічні процеси: навч. посіб. Київ: Вид-во Нац. авіац. ун-ту «НАУ-друк», 2010. 280 с.
7. Іванов С. В., Борсук П. С., Манчук Н. М. Загальна хімічна технологія: навчально-методичний комплекс. Київ: НАУ, 2008. 288 с.
8. Сухий М. П. Енерготехнологія хіміко-технологічних процесів. Дніпропетровськ: Удм ХТУ, 2006. 202 с.
9. Братичак М. М. Хімія і технологія полімерів. Львів: Бескид БіТ, 2006. 496 с.
10. Яворський В. Т., Перекупко Т. В., Знак З. О., Савчук Л. В. Загальна хімічна технологія: підручник. Львів: Видавництво Національного університету «Львівська політехніка», 2005. 552 с.
11. Гуменецький В. В. Процеси та обладнання нафтопереробних заводів: навч. посіб. Львів: Видавництво Національного університету «Львівська політехніка», 2003. 440 с.

12. Гончаров А. І., Серeda І. П. Екотехнологія: підручник для студ. хім. спец. університетів: в 2 ч. Київ: Вища шк., 1978. Т. 1. 286 с.
13. Гончаров А. І., Серeda І. П. Екотехнологія: підручник для студ. хім. спец. університетів: в 2 ч. Київ: Вища шк., 1980. Т. 2. 278 с.
14. Хімія органічних сполук : підручник для вищих навчальних закладів / С. А. Курта, Є. Р. Лучкевич, М. П. Матківський. – Івано-Франківськ : Прикарпат. нац. ун-т ім. В. Стефаника, 2012. – 608 с.
15. Хімія проміжних продуктів і органічних барвників : навч. пос. для вищ. навч. закл. / Є. Р. Лучкевич, М. П. Матківський ; М-во освіти і науки України, ДВНЗ «Прикарп. нац. ун-т ім. В. Стефаника» – Івано-Франківськ : Супрун В. П., 2016. – 356 с. – 100 пр.
16. Лабораторний практикум з основ хімічної технології: навч.-метод. посібник / уклад. К. С. Ютілова, О. М. Швед, Л. С. Лісова, Н. С. Марценюк. Вінниця: ДонНУ імені Василя Стуса, 2023. 84 с.
17. Fogler H. S. Elements of chemical reaction engineering. Pearson, 2020. 1088 p.
18. Crowl D. A., Louvar J. F. Chemical process safety. Pearson, 2019. 656 p.
19. Analysis, synthesis, and design of chemical process / R. Turton, J. A. Shaeiwitz, D. Bhattacharyya, W. B. Whiting. Pearson, 2018. 1520 p.
20. Green D. W., Southard M. Z. Perry's chemical engineers' handbook. McGrawHill, 2018. 2272 p.
21. Ghasem N., Henda R. Principles of chemical engineering processes. CRC Press, 2014. 468 p.

МАТКІВСЬКИЙ М.П., ТАРАС Т.М., ШЕНДЕРЮК В.О. Лабораторний практикум
з основ хімічної технології

Навчально-методичний посібник
(для студентів спеціальності
«014.06 Середня освіта Хімія»)

Редактор

Технічний редактор

16. Лабораторний практикум з основ хімічної технології: навч.-метод. посібник / уклад. К. С. Ютілова, О. М. Швед, Л. С. Лісова, Н. С. Марценюк. Вінниця: ДонНУ імені Василя Стуса, 2023. 84 с.
17. Fogler H. S. Elements of chemical reaction engineering. Pearson, 2020. 1088 p.
18. Crowl D. A., Louvar J. F. Chemical process safety. Pearson, 2019. 656 p.
19. Analysis, synthesis, and design of chemical process / R. Turton, J. A. Shaeiwitz, D. Bhattacharyya, W. B. Whiting. Pearson, 2018. 1520 p.
20. Green D. W., Southard M. Z. Perry's chemical engineers' handbook. McGrawHill, 2018. 2272 p.
21. Ghasem N., Henda R. Principles of chemical engineering processes. CRC Press, 2014. 468 p.

Формат 60x84/16. Папір офсетний.

Гарнітура «Times». Друк офсетний.

Друк арк.фіз. 4,5. Папер. арк. 2,25. Друк. арк. прив. 4,18.

Зам. 25. Наклад 100.

ПП «Галицька друкарня плюс»

77100, Івано-Франківська обл., м. Галич, майдан Різдва, 31

Тел. +38 050 925 47 02, (03431) 2-18-90

Електронна адреса: drukplus@gmail.com