

12.09.24.

35 гр.

Основи техніки лабораторних робіт.

Лабораторна робота

Тема: "Проведення процесу фільтрування при звичайному тиску та під вакуумом"

Мета: Навчитись проводити процес фільтрування при звичайному тиску та під вакуумом

Хід роботи

Інформаційна частина

Фільтрувальними матеріалами можуть бути *органічні та неорганічні* речовини як природного, так і штучного походження.

Вибір фільтрувального матеріалу залежить від вимог до чистоти розчину, а також від його властивостей. Так, неорганічні фільтрувальні матеріали (фільтрувальний папір, порцеляна, кераміка, пресоване скло) придатні для рідких речовин і розчинів, нагрітих до температури вищої, ніж 100 °С.

Асортимент фільтрувальних матеріалів, придатних та зручних для лабораторних робіт, останнім часом поповнився рядом нових матеріалів. Це фільтри зі скловолокнистого паперу, коротковолокнистого азбесту, полівінілхлориду, поліетилену, політетрафлуороетену та інших хімічно стійких пластмас. Їх використовують для фільтрування радіоактивних, хімічно агресивних речовин (наприклад, концентрованих кислот, лугів). Але вони непридатні для фільтрування органічних розчинів та мають температурні межі застосування не більше 100 °С.

Вимоги до фільтрувального матеріалу:

1. Повинен бути хімічно інертним відносно фільтруючої рідини і осаду. Наприклад, луги не можна фільтрувати через фільтри із пресованого скла або інших матеріалів, які містять силіцій (IV) оксид (кварцовий пісок), що розчиняється в лугах.

2. Бути дрібнопористим, тобто забезпечувати повне та швидке відокремлення твердих частинок від рідкої фази.

3. Мати певну механічну міцність.

Класифікація фільтрувальних матеріалів:

1. Залежно від природи матеріалу:

- зернисті (пісок, кварц);
- пористі (папір, пресоване скло, кераміка, порцеляна);
- волокнисті (вата, вовна, тканини, синтетичні волокна).

Недоліком паперових фільтрів є низька хімічна стійкість до агресивних реагентів. Перевага фільтрів із синтетичних матеріалів полягає у високій механічній міцності, термостійкості та стійкості до дії агресивних середовищ.

2. Залежно від механізму затримки часток:

- глибинні (пластинчасті), в яких частки зазвичай затримуються в місці перетину волокон фільтра, тобто механічно або внаслідок адсорбції на його матеріалі. Це бавовноволокнисті матеріали (вата, марля), скло у вигляді спеченого порошку або волокон, целюлозно-азбестові фільтри, матеріали з полімерних волокон;

- мембранні (екранні) — це металеві сітки (сити) з отворами 0,15—0,25 мм.

Паперові фільтри. Для фільтрування розчинів можна використовувати фільтрувальний, тобто непроклеєний папір, який одержують із бавовняного волокна. Його продають у пачках по 100 шт., вже нарізаний кругами різного діаметра (5,5; 7; 9; 11; 12,5; 15

см) відповідно до розміру лійок, або у рулонах, з яких вирізають квадрат потрібного розміру та заокруглюють його краї.

За способом виготовлення паперові фільтри бувають простими і складчастими.

Прості фільтри використовують для збирання осадів, тому розмір фільтра визначають кількістю осаду, а не об'ємом рідини, яку слід відфільтрувати. **Осад повинен заповнювати 1/3 фільтра й у жодному разі не більше його половини.** При такому заповненні на ньому залишається достатній простір для розчинника, яким промивають осад.

Складчасті фільтри використовують, якщо для подальшої роботи потрібен фільтрат, а не осад, наприклад при перекристалізації реактивів та приготуванні різних розчинів. Розміри такого фільтра визначаються кількістю рідини, яку слід профільтрувати, а не кількістю осаду.

Фільтруюча поверхня складчастого фільтра удвічі більша, ніж у простого, тому фільтрування через нього відбувається швидше. Однак леткі органічні рідини на великій поверхні складчастого фільтра дуже випаровуються і звожуються внаслідок конденсації водяної пари з повітря, тому їх доцільно фільтрувати через вату, скляну вату, азбест тощо.

За масою золи, яку вказують на упаковці, **виділяють паперові фільтри:**

- звичайні, що містять солі Кальцію, Феруму, Магнію (маса золи одного фільтра не перевищує 0,1 мг)\
- беззольні (маса золи одного фільтра не перевищує 0,00009 мг), які звільнені від більшої частини мінеральних домішок шляхом обробки їх хлоридною або флуоридною кислотами. Вони круглі і мають дуже незначний та постійний вміст золи. Використовують для фільтрування осадів у гравіметричному аналізі

Сорт	Властивості	Застосування
Чорна стрічка	Крупнозернистий, рихлий, м'який папір з дуже великою швидкістю фільтрації. Фільтри найменшої щільності	Для аналітичних робіт фільтрують колоїдні, пластівчасті та грубі осади: гідроксиди Феруму, Алюмінію, Хрому, сульфіді Купруму, Вісмуту, Кобальту, Феруму, металоорганічні осади
Біла стрічка	Фільтрувальний папір з середнім розміром пор та великою швидкістю фільтрації. Фільтри середньої щільності	Фільтрують крупнодисперсні осади: сульфіді Аргентуму, Арсену, Амонію, Кадмію, Плюмбуму, Феруму, Мангану; хромат Плюмбуму; карбонати лужноземельних металів тощо
Жовта стрічка	Фільтри, відмиті етером від речовин, розчинних в органічних розчинниках. Мають середній розмір пор, низький вміст жиру, велику швидкість фільтрації	Фільтрують крупнодисперсні осади, розчини при кристалізації речовин, приготуванні розчинів для ін'єкцій та визначення жиру в природній сировині
Червона стрічка	Фільтрувальний папір середньої щільності з помірною швидкістю фільтрації	Для фільтрування аморфних осадів: магній-амоній фосфату та арсенату; холодноосаджені: кальцій оксалату, барій хромату, плюмбум (II) сульфат; для аналізу сульфатів, карбонатів та органічних речовин
Зелена стрічка	Щільний папір з вузькими порами та низькою швидкістю фільтрації	Фільтрують аморфні осади: молібдат Плюмбуму, плюмбумдіоксид, кальцій гідроксид, кальцій флуорид, сульфіді Ніколу та Стануму; гарячеосаджені кальцій оксалат, барій хромат, плюмбум (II) сульфат

Синя стрічка	Щільний дрібнопористий папір, має дуже низьку швидкість фільтрації	Фільтрують дрібнодисперсні кристалічні осади, гарячеосаджений плюмбум (II) сульфат, сульфід Цинку та Ніколу тощо
Фіолетова стрічка	Щільний папір з дрібними порами та найнижчою швидкістю фільтрування	Використовують для найефективнішої фільтрації дрібнозернистих осадів: барій сульфату, оксиду Купруму тощо

Через паперові фільтри не можна фільтрувати:

- 1) сильні окисники, кислоти, луги, ангідриди тому, що вони реагують з фільтром або руйнують його;
- 2) алкалоїди, фосфати, кольорові речовини, ферменти тому, що вони адсорбуються на фільтрі;
- 3) лікарські речовини, які вступають в окислювально-відновні реакції з паперовим фільтром або утворюють з ним нерозчинні солі. Наприклад, розчин апоморфіну гідрохлориду зеленіє, розчини похідних саліцилової кислоти рожевіють, розчин таніну темніє, а розчини адреналіну та багатьох фенольних препаратів втрачають свою фармакологічну дію внаслідок перебігу окиснювальних процесів. Розчин салюзиду внаслідок взаємодії препарату з солями Кальцію, Магнію, Феруму мутніє за рахунок утворення нерозчинних солей.

Розчини таких речовин фільтрують через скляні чи беззолні фільтри або через нещільний промитий кусок вати.

- о Збирати фільтрувальну установку та проводити фільтрування при звичайному тиску (паралельно розповіді, демонструю техніку виконання роботи)

Фільтрування у звичайних умовах— це фільтрування, при якому рідина проходить крізь фільтруючий матеріал тільки під тиском фільтруючої рідини. Таке фільтрування потребує **простого обладнання**: штатив, хімічна склянка, лійка, скляна паличка.

Хімічні конічні лійки для фільтрування випускають різних розмірів, вони мають зрізаний кут на довгому кінці. Як фільтр використовують фільтрувальний папір різної пористості, тканини, пористе скло, звичайну та скляну вату тощо.

Методика фільтрування у звичайних умовах:

1. Дають відстоятися осаду у тому посуді, де він утворився.
2. Лійку вставляють в кільце штатива і під неї ставлять хімічну склянку для фільтрату

Трубка лійки повинна торкатися стінки хімічної склянки, а її кінець має розміщуватись на достатній відстані від дна склянки, щоб при її наповненні фільтратом трубка лійки не була занурена в рідину.

3. У лійку вставляють фільтр (його край не повинен доходити до краю лійки на 0,5 см), який злегка змочують чистим розчинником.

Складчастий фільтр не обов'язково змочувати розчинником.

Між простим фільтром та краєм лійки не повинно бути прошарку повітря — це утруднює фільтрування.

4. Рідину, яку слід відфільтрувати, виливають на фільтр по скляній паличці, направляючи її до стінок лійки. *Рідина повинна стікати по паличці не розбризкуючись, при цьому намагаються не збовтати осад, який знаходиться на дні посуду.*

Для попередження розриву фільтра скляну паличку тримають біля тієї його сторони, де він складений утричі. Якщо ж фільтр все-таки прорвався, виготовляють новий і розчин фільтрують знову у чисту колбу.

Рідину наливають на фільтр доти, поки рівень рідини не буде нижче на 0,5 см від його краю.

Для прискорення фільтрування на фільтрі необхідно підтримувати високий рівень рідини, підливаючи її невеликими порціями.

5. **Промивають осад**, який залишився в посуді, декілька разів **методом декантації**(зливання рідини з осаду, який відстоявся) з наступним його перенесенням на фільтр.

Для цього:

- а) осад заливають промивною рідиною за допомогою промивалки, перемішують скляною паличкою, дають відстоятися;
- б) рідину, яка зібралась над осадом, за допомогою скляної палички зливають на фільтр у лійку. Осад при цьому залишається на дні хімічної склянки або колби;
- в) до осаду знову приливають промивну рідину і повторюють попередню дію 3—4 рази;
- г) до осаду, який залишився на дні склянки, додають промивну рідину, збовтують і, не даючи відстоятися, по паличці переносять на фільтр. Цю дію виконують доти, поки весь осад не перенесуть на фільтр.

6. Промивають осад на фільтрі 8—10 разів, використовуючи по можливості малі кількості розчинника, тому що під час промивання незначна частина осаду переходить у розчин. Для цього:

- а) під лійку ставлять чисту порожню склянку;
- б) направляють струмінь промивної рідини на лійку, обережно обходячи краї фільтра 2—3 рази (при цьому змивається тонкий шар осаду, який покриває верхню частину фільтра).

Якщо фільтр буде заповнено приблизно наполовину, припиняють промивання, дають рідині витекти;

- в) нову порцію промивної рідини на фільтр наливають тільки після того, як попередня буде повністю відфільтрована.

Крупнозернисті осади промивають тільки на фільтрі.

7. **Перевіряють осад на повноту промивання**. Для цього обережно виймають лійку із кільця штативу, змивають трубку лійки невеликою кількістю дистильованої води і збирають 1—2 см³ промивних вод у пробірку. До вмісту пробірки додають відповідний реактив, який утворює осад або забарвлення з тими домішками, від яких відмивається осад. У разі утворення осаду або появи забарвлення повторюють операцію промивання осаду 2—3 рази і знову перевіряють на повноту промивання.

8. У разі потреби шар вологого осаду може продуватися повітрям з метою його осушення.

о Збирати фільтрувальну установку та проводити фільтрування під вакуумом.

У тих випадках, коли фільтрування потрібно виконати швидко, використовують фільтрування у вакуумі.

Фільтрування у вакуумі

Фільтрування у вакуумі— це спосіб фільтрування, при якому для переміщення рідини, яку слід відфільтрувати крізь фільтруючий елемент, використовується різниця між атмосферним тиском зовні приймача фільтрату і штучно зменшеним тиском (вакуумом) всередині нього. Чим більша різниця між атмосферним тиском і тиском у приймачі фільтрату, тим швидше відбувається фільтрування істинних розчинів кристалічних речовин.

Такий спосіб фільтрування дозволяє значно прискорити процес фільтрації порівняно з фільтруванням зі звичайним тиском.

Для фільтрування у вакуумі **складають прилад**, який складається із лійки для фільтрування (лійка Бюхнера, фільтр Шота, тигель Гуча), колби Бунзена, запобіжної склянки (запобігає потраплянню води із водогону в колбу Бунзена та переливанню фільтрату у вакуумний насос) та вакуумного насоса (водоструминного насоса, вакуум-насоса).

Примітка. Замість колби Бунзена для фільтрування у вакуумі можна використовувати пробірку з боковим відростком (при малих об'ємах) або колбу В'юрца.

З метою забезпечення безпеки фільтрування у вакуумі здійснюють у захисних окулярах або масці.

Методика фільтрування у вакуумі:

1. Лійку Бюхнера вставляють у колбу Бунзена за допомогою гумового корка з отвором. Для попередження всмоктування фільтруючої рідини в насос лійку Бюхнера вставляють так, щоб кінець її трубки знаходився напроти відростка колби Бунзена.

2. Колбу Бунзена з лійкою Бюхнера приєднують за допомогою вакуумного гумового шланга до запобіжної склянки, яка з'єднана з вакуумним насосом шлангом.

Важливо, щоб розмір лійки для фільтрування відповідав кількості осаду, а кристали цілком покривали фільтр рівномірним та не занадто товстим шаром.

3. Водоструминний насос під'єднують за допомогою спеціального товстостінного шланга до водогону.

4. Дно лійки покривають попередньо підігнаним і змоченим дистильованою водою (розчинником) паперовим фільтром. Притискають фільтр пальцями до дна лійки так, щоб не було зазору.

Діаметр фільтра повинен точно дорівнювати діаметру дна лійки або бути більшим на 2—3 мм, краї якого загинають по діаметру лійки.

5. Вмикають водоструминний насос (підключають вакуум): відкривають водогінний кран (з'єднувальний кран (залишають закритим!). Фільтр під тиском повітря щільно притискується до лійки.

Якщо фільтр притиснутий щільно, то чути спокійний шумлячий звук, а якщо нещільно, то свист. Тоді слід притиснути фільтр до країв лійки так, щоб свист змінився спокійним шумом.

6. Не вимикаючи водоструминного насоса, у лійку Бюхнера (до половини її висоти) наливають періодично (у міру відсмоктування фільтрату) рідину, яку необхідно профільтрувати. У колбі Бунзена створюється розрідження і рідина із лійки (під впливом атмосферного тиску) витікає в колбу. Фільтрування продовжують доти, поки з кінця лійки не перестане скапувати рідина.

Для захисту осаду від забруднень та впливу повітря лійку Бюхнера в процесі фільтрування необхідно накрити тонкою еластичною гумовою або поліетиленовою пластинкою, краї якої закріплюють на лійці.

Наприкінці фільтрування осад на фільтрі віджимають за допомогою плоского скляного корка доти, поки не припиниться відділення маточного розчину. Щоб видалити залишки маточного розчину кристалічну речовину на фільтрі ретельно промивають невеликими порціями чистого розчинника (краще попередньо охолодженого), підключаючи вакуум.

7. Відфільтрований осад промивають на лійці Бюхнера для видалення маточного розчину. Для цього:

- вимикають вакуум-насос (спочатку відкривають з'єднувальний кран запобіжної склянки або від'єднують колбу Бунзена від запобіжної склянки, а потім закривають водогінний кран). Якщо закрити водогінний кран відразу, то вода потрапить не тільки в запобіжну склянку, а і в колбу Бунзена;

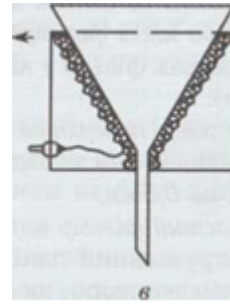
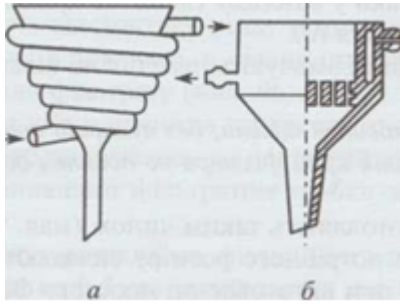
- змочують осад невеликою кількістю дистильованої води (розчинника) так, щоб його шар залишався рівномірним;

- вмикають насос.

8. Вимикають вакуумний насос, виймають лійку Бюхнера з осадом із колби Бунзена. Фільтр з осадом переносять на листок фільтрувального паперу та підсушують його, відокремлюють від ще вологого осаду.

о Розрізнити принцип холодного та гарячого фільтрування

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).



Мал. Лійки для гарячого фільтрування:

а) з паровим обігрівом; б) з обігрівом гарячою водою; в) з електричним обігрівом

1. Обговорення типових помилок.
2. Пояснення характеру і послідовності роботи учнів на уроці.
3. Повідомлення про критерії оцінювання виконуваних робіт.
4. Повідомлення підсумків вступного інструктажу.

Контрольні запитання 1. Дайте визначення процесу фільтрування? 2. Які ви знаєте типи фільтрування? Охарактеризуйте їх. 3. Охарактеризуйте процес фільтрування з утворенням осаду