

Г. Ю. ЮЗИК

ТЕХНІКА ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

ПОСІБНИК



• МЕДИЦИНА •

Г.Ю. ЮЗИК

ТЕХНІКА ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

*За редакцією заслуженого лікаря України,
кандидата медичних наук Л.С. Білика*

Допущено Департаментом кадрової політики,
освіти і науки МОЗ України як навчальний посібник
для студентів вищих медичних (фармацевтичних)
навчальних закладів I—III рівнів акредитації

Київ
МЕДИЦИНА
2007

Рецензенти:

І.М. Кобаса — кандидат хімічних наук, доцент Чернівецького державного університету ім. Ю. Федьковича;

А.В. Шляніна — спеціаліст вищої категорії, викладач хімії Житомирського фармацевтичного коледжу ім. Г.С. Протасевича;

З.І. Грабовецька, С.М. Юзик — спеціалісти вищої категорії, викладачі-методисти Чортківського державного медичного коледжу;

О.В. Івасенко — спеціаліст вищої категорії, викладач-методист, викладач техніки лабораторних робіт Київського медичного коледжу ім. П.І. Гаврося.

Юзик Г.Ю.

Ю57 Техніка лабораторних робіт: Навч. посібник. — К.: Медицина, 2007. — 144 с.

ISBN 966-8144-48-1

Навчальний посібник містить матеріал, який дасть змогу підготувати студентів до роботи в клінічних та діагностичних лабораторіях. Подано алгоритми виконання маніпуляцій щодо роботи з хімічним посудом, обладнанням лабораторії, апаратурою, приладами тощо. До окремих тем розроблено тести для самоконтролю та перевірки знань, умінь і навичок.

Відповідає програмі, затвердженій МОЗ України.

Для студентів вищих навчальних медичних закладів I—III рівнів акредитації за спеціальністю “Фармація”. Буде корисним фармацевтам, провізорам та іншим фахівцям.

ББК 52.82я723

УДК 615.12

© Г.Ю. Юзик, 2007

© Видавництво “Медицина”, 2007

ISBN 966-8144-48-1

ПЕРЕДМОВА

Відсутність сучасних підручників з техніки лабораторних робіт за спеціальністю “Фармація” негативно позначається на якості викладання дисципліни.

Цей навчальний посібник відповідає новій програмі, затвердженій МОЗ України 2006 р. для студентів вищих навчальних закладів I—III рівнів акредитації. Він актуальний і сприятиме якісному вивченню дисципліни.

Не оволодівши елементами техніки проведення лабораторних робіт, не можна приступати до роботи в лабораторії. Особливо це стосується виконання аналізів у клінічній та діагностичній лабораторіях, експериментів та науково-дослідних робіт. Невміння або неакуратність у роботі можуть призвести до отримання неправильних результатів аналізів, а в результаті — до хибних висновків. Результати досліджень залежать не тільки від точності виконання окремих маніпуляцій, а й від підготовки хімічного посуду, обладнання, апаратури тощо. Тому надзвичайно важливо досконало опанувати техніку проведення лабораторних робіт.

Значну увагу приділено правилам техніки безпеки під час виконання лабораторних робіт з нагрівальними та електричними приладами, оскільки дотримання їх відіграє важливу роль у будь-якому лабораторному аналізі.

Посібник ілюстрований малюнками, таблицями, схемами.

До всіх тем подано запитання для самоконтролю і перевірки знань, що сприятиме кращому засвоєнню студентами навчального матеріалу.

ОБЛАДНАННЯ ТА ОСНАЩЕННЯ ЛАБОРАТОРІЙ. ПРАВИЛА БЕЗПЕКИ ПІД ЧАС РОБОТИ В ЛАБОРАТОРІЯХ. ЛАБОРАТОРНИЙ ПОСУД ТА ДОПОМІЖНЕ ПРИЛАДДЯ

Матеріальне забезпечення

Скляний посуд загального призначення: пробірки, лійки, склянки, колби (конічні, круглодонні), кристалізатори, промивалки тощо.

Посуд спеціального призначення: ексікатори, колби Бунзена та Вюрца, дефлегматори, поглинальні склянки, апарат Кіпша.

Мірний посуд: циліндри, мензурки, піпетки Мора, градуйовані піпетки, мікропіпетки, бюретки, мікробюретки, мірні колби.

Фаянсовий посуд: тиглі, чашки для випарювання, ступки, стакани, лійки.

Металеve обладнання: штативи з набором лапок, кілець, муфт, штативи для пробірок, затискачі Мора, Гофмана, триноги, тигельні та муфельні щипці, пінцети, ступки.

Допоміжне приладдя: ножиці, ножі, молоток, дріт, плоскогубці, викрутка тощо.

Навчальна мета

Знати

1. Обладнання та оснащення лабораторій.
2. Призначення лабораторного посуду та допоміжного приладдя.

3. Правила безпеки під час роботи в лабораторії.

Уміти

1. Дотримуватися правил поведінки в лабораторії.
2. Дотримуватися правил безпеки під час роботи в лабораторії.

План проведення заняття

1. Обладнання та оснащення лабораторій.
2. Правила поведінки студентів у хімічній лабораторії.
3. Правила безпеки під час роботи в лабораторіях.
4. Призначення лабораторного посуду та допоміжного приладдя.

Теоретичні відомості

Лабораторний посуд

Під час роботи в лабораторії користуються пробірками, хімічними склянками, колбами, кристалізаторами тощо. *Пробірки* бувають різних розмірів. Є пробірки спеціального призначення: *центрифужні, градуйовані, для напівмікро- та мікроаналізу*. У клінічній лабораторії для деяких визначень користуються пробірками з тугоплавкого молібденового скла розміром 20×2 см.

Розчин у пробірці повинен займати не більше третини її об'єму, щоб рідину було легко розмішати. Не можна перемішувати вміст пробірки, закриваючи її отвір пальцем.

Хімічні склянки бувають різної ємності. Їх виготовляють із тонкого скла. Такі склянки можна нагрівати, але не на відкритому вогні, а обов'язково на азбестовій сітці або на азбестовому картоні. Склянки та інший тонкостінний скляний посуд не можна ставити після нагрівання на холодну поверхню. Переносити великі склянки з рідиною можна тільки обома руками.

Для розчинення і осадження взятих на хімічний аналіз речовини використовують склянки і колби ємністю 100, 200 або 400 мл. Миють склянки і колби хромовою сумішшю.

Колби є круглі і конічні (колби Ерленмейера). Круглі колби бувають круглодонні і плоскодонні. Горло в таких колб може бути різної ширини і довжини. Для спеціальних визначень, особливо в органічному синтезі, застосовують колби, які мають два або три горла.

Круглодонні колби розміщують на спеціальних підставках або кільцях. Колби, особливо плоскодонні, як і тонкостінні склянки, слід нагрівати на азбестовій сітці.

Колби Ерленмейера застосовують для титрування, оскільки з них легко видаляти вміст і розмішувати його без небезпеки розбризкати.

Для переливання рідини з посудини із широким горлом в посудину з вузьким горлом або для фільтрування застосовують скляні або фаянсові *лійки*.

Кристалізатори бувають різних діаметрів. Це плоскодонні скляні товстостінні чашки, які не можна нагрівати. У хімічних лабораторіях великі чашки застосовують для збирання газу над водою, охолодження посудини водою, кристалізації, очищення речовин перекристалізацією.

Вимірювальний посуд

До вимірювального посуду належать мензурки, мірні циліндри, мірні колби, піпетки, бюретки тощо (мал.1).

Мензурки — це конічні склянки з поділками для вимірювання об'ємів рідин. Мензурки нагрівати не можна.

Мірні циліндри не призначені для точного вимірювання об'ємів. Їх використовують для приготування розчинів приблизної концентрації.

Мірні колби розраховані на вміст певного об'єму рідини — від 10 до 2000 мл. Це плоскодонні колби з вузькою і довгою шийкою, на яку нанесено кругову позначку. Якщо в колбу влити рідину до певної позначки, то об'єм рідини точно відповідатиме об'єму, вказаному на колбі.

Щоб правильно виміряти об'єм рідини в мірній колбі, необхідно, щоб око спостерігача було в одній площині з позначкою на шийці колби. При цьому нижня частина меніска рідини повинна торкатися позначки на шийці колби. У мірних колбах не можна нагрівати і зберігати розчини.

Піпетки використовують для перенесення певного об'єму рідини з однієї посудини в іншу. Піпетки бувають двох видів: розраховані на певний об'єм (піпетки Мора) і градуйовані.

Перед початком роботи піпетку добре миють і декілька разів ополіскують дистильованою водою з промивалки. Після цього її промивають і витирають зверху фільтрувальним папером, а зали-

шену всередині воду видувають грушею. Перед тим як узяти піпеткою який-небудь розчин, її 1—2 рази ополіскують невеликою кількістю цього розчину: тримають горизонтально, повертають і нахиляють її то в один, то в інший бік, щоб розчин омив усі стінки піпетки. Після цього розчин з піпетки виливають у раковину.

Наповнення піпетки рідиною. Піпетку беруть великим і середнім пальцями і глибоко опускають її нижній кінець у рідину. Через верхній кінець втягують гумовою грушею рідину в піпетку так, щоб її рівень піднявся вище від позначки. Потім знімають грушу, швидко закривають вказівним пальцем верхній отвір піпетки, не даючи рідині витікати з неї. Виймають нижній кінець піпетки з рідини і витирають її зверху шматком фільтрувального паперу. Тримаючи піпетку строго вертикально, встановлюють позначку на рівні очей, потім потроху послаблюють натискування пальцем на верхній отвір піпетки, щоб рідина повільно витікала. Коли нижня частина меніска опущеної рідини торкнеться позначки, отвір знову закривають пальцем. Піпетку переносять у підготовлений посуд і, тримаючи її вертикально, дають рідині витікати. При цьому не можна опускати піпетку низько, кінчик її треба тримати біля верхнього краю посудини. Коли весь розчин з піпетки витече, слід зачекати кілька секунд, доторкуючись її кінчиком до стінки посудини і злегка повертаючи. **Ні в якому разі не можна видувати з піпетки залишену краплю розчину!**

Бюретки призначені для вимірювання об'єму рідини. Найчастіше використовують бюретки місткістю 25 і 50 мл. Бюретки бувають з краном і без крана. Поділки на бюретці відповідають мілілітрам і десятим часткам мілілітра. Точність відліку по бюретці становить 0,03 мл (25 мл) або 0,05 мл (50 мл) залежно від вмісту бюретки.

Перед початком роботи бюретку добре миють і ополіскують кілька разів дистильованою водою. Під час роботи вона повинна бути у вертикальному положенні. Наповнюють бюретку за допомогою лійки.

Мірні циліндри використовують для приготування розчинів приблизної концентрації.

Посуд спеціального призначення

Годинникове скло використовують для зважування сипких речовин. Більшим годинниковим склом накривають склянки і колби.

Лійки застосовують для відфільтровування і промивання осаду. У макроаналізі часто користуються лійками діаметром 7—9 см.

Промивалки використовують для змиву осаду зі стінок склянки, фільтра, годинникового скла, бюкса.

Скляними паличками перемішують рідини, переносять рідини під час фільтрування. Найбільш зручні скляні палички з гумовим наконечником для збирання частинок осаду зі стінок склянки.

Бюкси — це маленькі скляночки з прищліфованою скляною кришкою. Вони призначені для зважування твердих та рідких речовин.

Фаянсові тиглі використовують для прожарювання осаду. Найкращі з них — № 3 діаметром 25 мм і висотою 35 мм. Маса нового тигля при прожарюванні завжди зменшується, тому перед використанням тиглі прожарюють у муфельній печі декілька годин до набуття ними постійної маси. Написи на тиглях роблять на дні із зовнішнього боку насиченим розчином хлориду заліза (III), а потім закріплюють написи прожарюванням протягом кількох хвилин. Порцелянові тиглі, які були у використанні, очищують гарячою розведеною (1:1) хлоридною кислотою, водою і знову прожарюють. Часто рештки деякого осаду повністю видалити не вдається, оскільки вони сплавилися з поверхнею порцеляни. Проте такі тиглі можна використовувати для подальшої роботи.

Ексикатори виготовляють з грубого скла з прищліфованою, щільно прилягаючою кришкою. Між верхньою і нижньою частинами ексикатора кладуть порцелянову пластину з отворами, на які ставлять тиглі, бюкси тощо. На дно ексикатора кладуть осушувальні речовини: найчастіше прожарений CaCl_2 , рідше — P_2O_5 або концентровану H_2SO_4 . Притерті поверхні ексикатора та кришки змащують вазеліном. Тиглі і бюкси після прожарювання або висушування витримують в ексикаторі для охолодження до кімнатної температури перед зважуванням на аналітичних терезах. В ексикаторах зберігають осади і речовини, які можуть вбирати вологу з повітря.

Більшість дослідів проводять у скляному посуді: у пробірках різної місткості та хімічних склянках, колбах плоскодонних, клуглодонних, колбах Ерленмейера, Вюрца.

У процесі роботи використовують скляні лійки для фільтрування, ділильні лійки, крапельні лійки. Для випарювання — порцелянові чашки, для спалювання і прожарювання — фаянсові тиглі. Для розмішування рідин і твердих речовин застосовують різні скляні палички, для виведення газів з приладів — скляні трубки, для відмірювання невеликої кількості рідини — різні піпетки.

Для промивання осадів на фільтрі, під час титрування та з іншою метою використовують *промивалки*.

Посуд під час роботи закріплюють за допомогою штативів Бунзена з кільцями та затискачами. Для пробірок використовують штативи. Для того щоб плоскодонний скляний посуд не тріскався при нагріванні, під нього підставляють азбестові сітки відповідних розмірів.

Нагрітий скляний посуд не можна класти відразу на холодну поверхню.

Для збирання газів використовують такий скляний посуд: циліндри, кристалізатори. Цей посуд нагрівати не можна.

Для подрібнення речовин застосовують фаянсові *ступки* з фаянсовим товчачиком. Вони повинні бути чистими і добре висушеними. Подрібнювати в них можна речовини не більш ніж на $\frac{1}{3}$ об'єму ступки. У ступці речовини можна тільки розтирати, але не товкти.

Кислоти краще закривати скляними притертими пробками, а концентровані кислоти — ще й притертими ковпачками. Склянки з лугами не можна закупорювати скляними пробками, оскільки внутрішня поверхня горла склянки піддається дії вуглекислого газу з повітря, і через це в просторі між пробкою і горлом склянки утворюються кристали вуглекислих солей. Унаслідок цього пробка “заідає” і її важко виїняти. Тому склянки з лугами закривають гумовими пробками або пластмасовими закрутками, які інколи для ізоляції лугу від навколишнього середовища парафінують. Пробку потрібно підбирати до того, як у склянку налито речовину. Гумова пробка повинна тісно входити в посудину, при цьому не менше ніж третина її має виступати з посудини. Якщо через пробку

потрібно пропустити скляну трубку, а отвору в пробці для цього немає, то його треба просвердлити, підбираючи діаметр свердла відповідно до діаметра трубки.

Для спалювання речовин у кисні застосовують *залізні ложечки*. Спалювання проводять у циліндрі або склянці, на дно яких треба насипати шар піску, щоб вони не тріснули, коли на дно впаде частинка розжареної речовини.

Під час роботи напівмікрометодом реактиви використовують у дуже малих кількостях — краплями і крупинками. Усі необхідні для роботи реактиви повинні знаходитись у крапельницях, розміщених на спеціальному штативі-гірці. Розчини з них відбирають крапельними піпетками, а сухі речовини — мікрошпателем.

Перша допомога в разі нещасних випадків

1. У всіх нещасних випадках (глибокому порізі, отруєнні, опіках тощо) необхідно негайно звернутися до лікаря. За можливості потерпілому треба надати першу допомогу.

2. При порізах склом слід видалити уламки скла з рани, змазати уражене місце 3 % спиртовим розчином йоду і перев'язати бинтом, щоб припинити кровотечу.

3. При отруєнні шкідливими газами негайно припинити дослід і відкрити вікна та двері. Потерпілого винести на свіже повітря, розстебнути одяг, дати понюхати вату, змочену нашатирним спиртом. Коли потерпілий опритомніє, дати йому міцного чаю. При неглибокому отруєнні хлором або паром бромом дати понюхати суміш етилового і нашатирного спиртів.

4. При отруєнні йодом потерпілому дати випити крохмаль з водою, молоко, міцний чай або розчин соди.

5. У разі отруєння лугами (ідким натром) необхідно випити молока або 2 % розчину оцтової або лимонної кислоти. Не давати блювотних засобів.

6. При отруєнні кислотами (соляною, сульфатною) дати потерпілому води з розтертою крейдою, попелом, 1 % розчин натрію гідрогенкарбонату, вапняну воду. Не давати блювотних засобів і не промивати шлунок.

7. У разі опіків рану обробити 2 % розчином перманганату калію, таніну або маззю від опіків.

8. Якщо на шкіру потрапили бризки кислоти або лугу, то уражене місце слід промити великою кількістю води, а потім відповідно 3 % розчином соди або 2 % розчином оцтової кислоти.

АЛГОРИТМ № 1

Правила поведінки студентів у хімічній лабораторії

1. Заходьте до лабораторії тільки з дозволу викладача.

2. Заходьте і виходьте з лабораторії спокійно, щоб випадково не перекинути хімічний посуд з приладами або склянки з реактивами, що стоять на столах.

3. Сидіть у лабораторії завжди за одним і тим самим робочим місцем і не переходьте на інше місце без дозволу викладача.

4. Підтримуйте чистоту й порядок на своєму робочому місці, не залишайте на столі сміття, збирайте його і викидайте в установлені місця (урни або спеціально поставлені на столах банки), після роботи мийте за собою посуд.

5. Не тримайте під час роботи на столі нічого зайвого; на ньому можуть бути підручник, задачник, довідник, робочий журнал та письмове приладдя.

6. Дбайливо ставтеся до обладнання лабораторії.

7. Виконуйте усі досліді самостійно, крім тих, які за вказівкою викладача виконуються групами з 2—4 студентів.

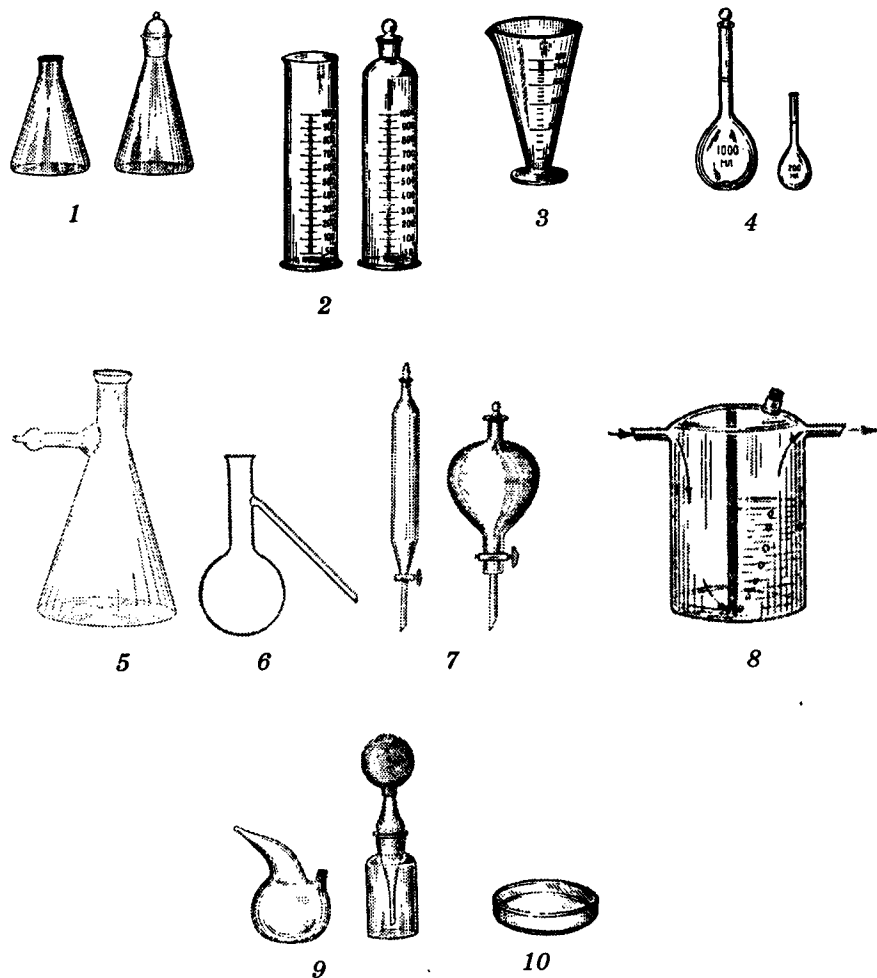
8. Перевірте, чи є все необхідне для дослідів, і продумайте послідовність виконання кожного з них.

9. Працюйте сидячи, швидко, але без зайвої квапливості, під час роботи додержуйте тиші.

10. Записуйте хід виконання дослідів у робочий журнал і робіть запис усіх спостережень, рівнянь реакцій, висновків відразу ж після виконання дослідів.

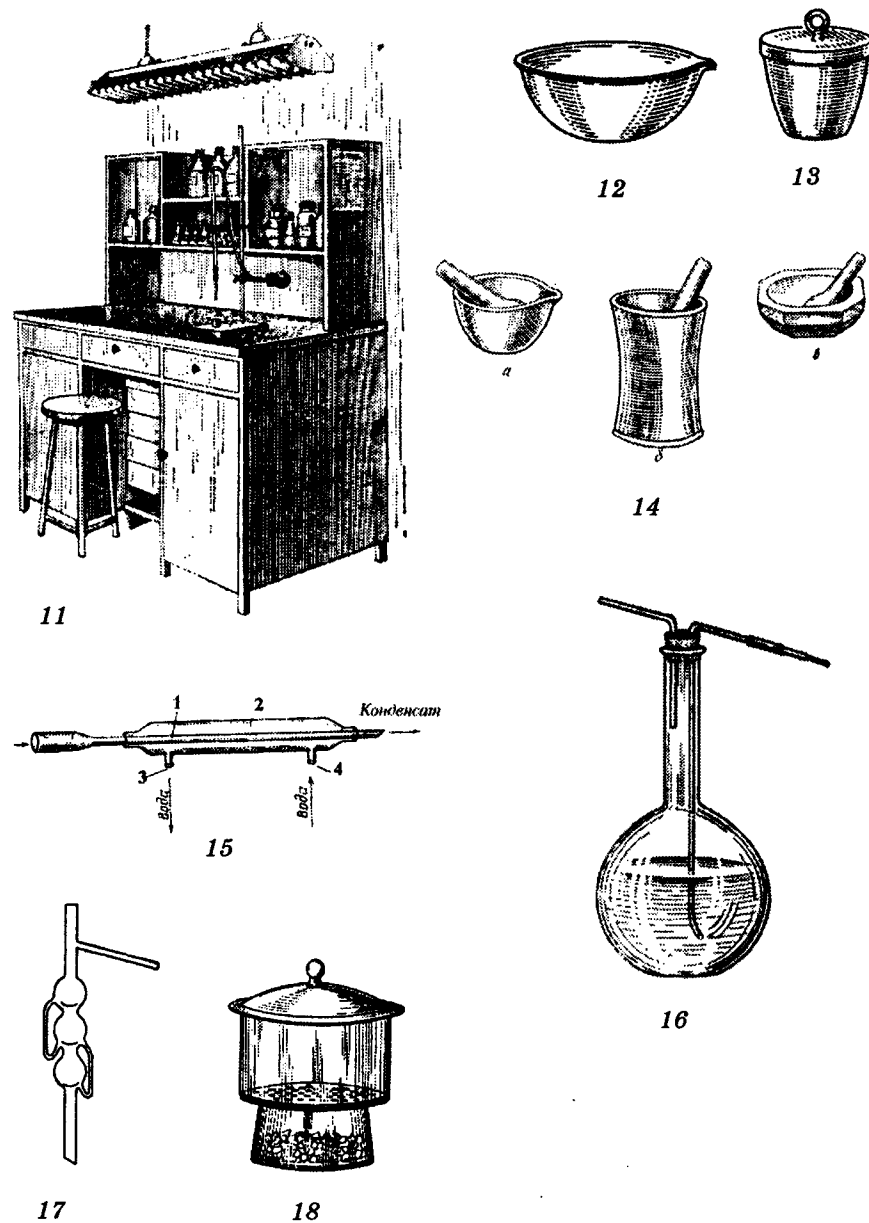
11. Дотримуйтеся правил користування водогазом, газом та електрикою, не відкривайте без потреби крани, не засмічуйте раковини, вмикайте електричні прилади за необхідності.

12. Знайте і дотримуйтеся правил нагрівання, поводження з розчинами кислот і лугів, вогнебезпечними, вибухонебезпечними та отруйними речовинами.



Мал. 1. Лабораторний скляний посуд:

1 — Колби Ерленмейера; 2 — мірні циліндри; 3 — мензурка конічна; 4 — мірні колби; 5 — колба Бунзена; 6 — колба Вюрца; 7 — ділильні лійки; 8 — склянка Тищенко; 9 — крапельниці; 10 — чашка Петрі; 11 — лабораторний стіл; 12 — фаянсова чашка; 13 — фаянсовий тигель; 14 — ступки (а — фаянсова; б — мідна; в — агатова); 15 — холодильник Лібіха (1 — внутрішня трубка; 2 — зовнішня трубка; 3 — вихід; 4 — вхід); 16 — промивалка; 17 — дефлегматор; 18 — ексикатор



13. Знайте місцезнаходження в лабораторії протипожежних засобів, аптечки і вмійте ними користуватись у разі нещасного випадку.

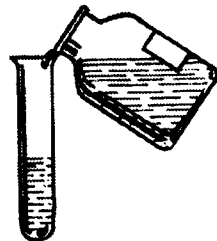
АЛГОРИТМ № 2

Основні застережні заходи під час роботи в хімічній лабораторії

1. Працюйте обов'язково в халаті.
2. Будьте максимально обережні під час виконання практичних робіт, пам'ятаючи, що неохайність, неуважність, недостатня обізнаність із властивостями речовин, з якими проводиться робота, може спричинити нещасний випадок.
3. Виконуйте тільки ті хімічні досліди, які погоджені з викладачем, під його наглядом або наглядом лаборанта.
4. Уважно читайте етикетку на посудині з тією речовиною, яку берете для дослідів. Відкривши посудину, пробку не кладіть на лабораторний стіл боком, а поставте її вертикально (мал. 2).
5. Беріть реактиви для дослідів тільки в тих кількостях, які зазначені в інструкції.
6. Якщо в інструкції не вказано, яку масу чи об'єм речовини треба взяти, то суху речовину беріть у такій кількості, щоб вона закрила лише дно пробірки, а розчину не більше ніж $\frac{1}{3}$ її об'єму.
7. Не зливайте надлишок реактиву назад у посудину, де він зберігався.
8. Під час наливання рідин беріть посудину з реактивом так, щоб етикетка спрямовувалась у бік долоні, знімайте краплю з краю шийки посудини, оскільки рідина, стікаючи по склу, псуватиме етикетку, може обпекти руку (мал. 3).



Мал. 2. Так треба ставити пробку, відкривши посудину з реактивом



Мал. 3. Знімання краплі рідини з шийки посудини

9. Закрийте пробкою і поставте на місце посудину, з якої взяли реактив.

10. Користуйтеся пробіркотримачем під час нагрівання розчинів у пробірці. Уважно стежте за тим, щоб отвір пробірки був спрямований від вашого обличчя, бо рідина внаслідок перегрівання може виплеснутися з пробірки.

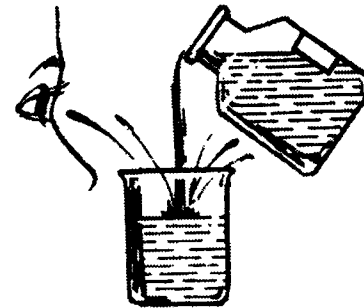
11. Під час нагрівання рідин стежте, щоб не перегрівалися стінки посудини над рідиною (особливо, коли рідини мало), тому що при потраплянні крапель рідини на перегріте скло посудина може тріснути.

12. Не нагрівайте пробірку лише знизу, а прогривайте її всю, весь її вміст, щоб уникнути перегрівання.

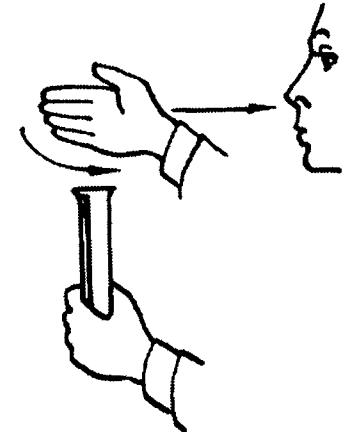
13. Не заглядайте в пробірку, в якій нагрівається рідина, і не нахиляйтеся над посудиною, в яку наливається будь-яка рідина (особливо їдка), щоб непомітні бризки не потрапили в очі (мал. 4).

14. Не пробуйте на смак речовини.

15. Нюхайте будь-які речовини з обережністю, не нахиляйтеся над посудиною і не вдихайте глибоко, а спрямовуйте до себе пару чи газ рухами руки (мал. 5).



Мал. 4. Розбризування рідини під час наливання в посудину



Мал. 5. Так треба нюхати речовини

16. Дотримуйтеся особливої обережності під час роботи з нагрівальними приладами.

17. Ставте гарячі предмети на керамічну плитку або спеціальну підставку.

18. Відпрацьовані реактиви зливайте в раковину (після їх нейтралізації), а цінні реактиви — у спеціальні посудини.

19. Приберіть своє робоче місце після закінчення роботи, перекрийте воду, вимкніть електронагрівальні прилади і ретельно вимийте руки.

20. Не кладіть свої сніданки на лабораторні столи і ніколи не споживайте їжу в лабораторії.

У разі нещасного випадку негайно звертайтеся до викладача!

Питання для самоконтролю

1. Для чого призначені лабораторії?
2. Основні вимоги до приміщення лабораторії та її оснащення.
3. Вимоги до робочого місця лаборанта.
4. Роль правильного ведення документації в роботі кожного лаборанта.
5. Основні правила безпеки та особистої гігієни під час роботи в лабораторіях із шкідливими й токсичними речовинами.
6. Правила поведінки в лабораторії.
7. Перерахуйте види спецодягу для роботи в лабораторії.
8. Які засоби протипожежної безпеки повинні бути в лабораторії?
9. У яких випадках не можна застосовувати воду для гасіння пожежі?
10. Як здійснюється вентиляція лабораторного приміщення?
11. Які заходи першої медичної допомоги застосовують у разі опіків кислотами і лугами?
12. У чому особливості безпеки під час роботи в медичних лабораторіях?
13. Які види вимірювального посуду вам відомі?
14. Яке призначення кожного виду посуду?
15. Яким посудом — мірним циліндром чи піпеткою — можна точніше відміряти рідину?

ДОГЛЯД ЗА ЛАБОРАТОРНИМ ПОСУДОМ. СТЕРИЛІЗАЦІЯ

Матеріальне забезпечення

Механічні й фізичні засоби для миття посуду: вода, пара, органічні розчинники, мийні засоби.

Хімічні засоби для миття посуду: хромова суміш, суміш хлорводневої кислоти і пероксиду водню, розчини лугів, сірчана кислота.

Навчальна мета

Знати

1. Способи миття лабораторного посуду.
2. Правила роботи з хромовою сумішшю.
3. Способи сушіння лабораторного посуду.
4. Способи стерилізації лабораторного посуду.

Уміти

1. Мити лабораторний посуд.
2. Сушити лабораторний посуд.
3. Стерилізувати лабораторний посуд.
4. Виготовляти стійкі етикетки.

План проведення заняття

1. Миття лабораторного посуду хромовою сумішшю.
2. Миття лабораторного посуду сумішшю Комаровського.
3. Перевірка чистоти посуду.

4. Підготовка посуду до стерилізації.
5. Перевірка якості передстерилізаційної підготовки.
6. Стерилізація посуду:
 - а) кип'ятінням;
 - б) сухим гарячим повітрям;
 - в) паром під тиском (в автоклаві);
 - г) газовою;
 - г) хімічна.

Теоретичні відомості

Догляд за лабораторним посудом

Скляний посуд потребує спеціального зберігання. Зберігати його слід на стелажах, де кожна полиця відповідає висоті розміщеного посуду. Круглodonні колби зберігають на полицях з невисокими виступами. Бюретки, піпетки, скляні прилади треба зберігати в ящиках, дно яких встелене ватою.

Пробірки до використання зберігають замотаними в цупкий папір по 10 штук у кожній пачці. Пробірки, якими користувалися, після миття і сушіння акуратно складають у спеціальний для цього ящик.

Не можна зберігати пробірки і скляний посуд разом з металевими деталями.

Робоче місце завжди має бути чистим і сухим. Усі зайві речі повинні бути сховані, а всі необхідні реактиви розставлені у відповідному порядку.

Весь лабораторний посуд повинен бути старанно вимитий. Посуд тоді чистий, коли на ньому немає ніяких видимих забруднень, і якщо вода по його стінках стікає рівномірно, не залишаючи крапель. Поява крапель вказує на забрудненість жировими речовинами. Особливо шкідливе забруднення мірного посуду жиром, оскільки при виливанні рідини частина її залишається на стінках.

Скляний посуд спочатку мють гарячою водою з використанням "йоржиків", потім обробляють хромовою сумішшю з концентрованою сульфатною кислотою. Цією сумішшю змочують усі

стінки. Можна потерти стінки посуду скляною паличкою з гумовим наконечником. Піпетки поміщають у скляний циліндр і заливають хромовою сумішшю (дихромат калію $K_2Cr_2O_7$ і к. H_2SO_4 96—98 %) на деякий час або втягують хромову суміш гумовою грушкою до половини об'єму піпетки і виливають через широкий отвір. Потім хромову суміш потрібно злити в той посуд, де вона знаходилась. Після оброблення хромовою сумішшю посуд необхідно ретельно помити водопровідною водою (10 разів), а потім сполоснути зсередини невеликими порціями дистильованої води. **Користуватись хромовою сумішшю потрібно обережно, оскільки суміш може спричинити сильні опіки.** Якщо хромовою суміш потрапила на шкіру, необхідно це місце промити великою кількістю води, потім розчином $NaHCO_3$.

Хромову суміш використовують багаторазово. Після тривалого використання її темно-оранжевий колір може стати світло-оранжевим або зеленим (відновлення $Cr_2O_7^{2-}$ до Cr^{3+}). Це вказує на непридатність хромової суміші.

Посуд зручно мити сумішшю Комаровського, яка складається з однакових об'ємів: 6 н. розчину HCl і 5—6 % розчину пероксиду водню. Підігріту до 30—40 °C суміш наливають у посуд, омивають нею стінки, а потім виливають у посудину, в якій вона зберігалась, для повторного використання. Після цього посуд багаторазово мють проточною водою і ополіскують дистильованою водою. Посуд можна мити різними побутовими засобами (порошками для прання білизни, гірчицею). Після цих засобів необхідно ретельно мити посуд водою. Коли потрібний дуже чистий посуд, його попередньо мють за одним із методів, після чого обробляють гарячою водяною паром протягом 1 год (пропарюють).

Перевірка чистоти посуду здійснюється за методом Болотова. Для перевірки готують суміш: у 70 мл нагрітого до 60 °C 90 % етилового спирту розчиняють 0,2 г барвника судану-3 або 0,2 г метиленового синього, додають 10 мл 20 % розчину аміаку і 10 мл води і все ретельно перемішують. У посуд наливають суміш Болотова, омивають нею стінки, а потім виливають назад у посудину. Якщо на стінках посуду є плями, то він недостатньо вимитий. Після перевірки суміш ретельно змивають водою.

Стерилізація

Стерилізація кип'ятінням здійснюється за допомогою електрокип'ятильників і дистильованої води протягом 45 хв.

Стерилізація сухим гарячим повітрям здійснюється в спеціальних сухожарових шафах (температура 200 °С).

Стерилізація паром під тиском здійснюється в парових стерилізаторах (автоклавах).

Газова стерилізація здійснюється газовою сумішшю (суміш етилену оксиду з бромистим метилбромідом).

Хімічна стерилізація (медичних інструментів) здійснюється антисептичними речовинами (6 % розчин пероксиду водню, 96 % етилового спирту, розчин первомуру — суміш пероксиду водню та мурашиної кислоти).

У тих випадках, коли потрібна дистильована вода більшої чистоти, її піддають повторній дистиляції і отримують бідистилат. Щоб очистити дистильовану воду від органічних речовин, до неї перед вторинною дистиляцією додають небагато (приблизно 0,1 г/л) перманганату калію і декілька крапель концентрованої сульфатної кислоти. Вода, що не містить слідів органічних речовин, називається апірогенною.

Бідистильовану воду добувають і зберігають у посудинах із кварцу, олова, срібла, платини.

Для очищення води широко використовують йонообмінні смоли. Воду послідовно пропускають через ряд колонок, заповнених катіонітами та аніонітами. Одержана таким чином вода (її називають демінералізованою водою) за ступенем очистки і властивостями практично не відрізняється від дистильованої води.

Дистильована вода для пиття непридатна, оскільки не містить мікроелементів.

АЛГОРИТМ № 3

Миття лабораторного посуду хромовою сумішшю

1. Вимийте скляний посуд гарячою водою, використовуючи "йоржики".

2. Змочіть хромовою сумішшю ($K_2Cr_2O_7$ і к. H_2SO_4 96—98 %) усі стінки скляного посуду.

3. Помістіть піпетки в скляний циліндр і втягніть хромову суміш гумовою грушкою до половини об'єму піпетки.

4. Вилийте хромову суміш через широкий отвір піпетки в той посуд, де вона була раніше.

5. Помийте ретельно 10 разів посуд водопровідною водою.

6. Сполосніть посуд із середини дистильованою водою.

При необережному поводженні хромовою сумішшю може спричинити сильні опіки. Перша допомога — промити це місце великою кількістю води, потім — розчином питної соди.

АЛГОРИТМ № 4

Миття лабораторного посуду сумішшю Комаровського

1. Приготуйте суміш Комаровського (однакові об'єми 6 н. розчину HCl і 5—6 % розчину H_2O_2).

2. Підігрійте суміш Комаровського до 30—40 °С.

3. Налийте суміш у скляний посуд і омийте нею стінки посуду.

4. Вилийте суміш у посуд, у якому вона зберігалась для повторного використання.

5. Вимийте багаторазово посуд проточною водою.

6. Сполосніть посуд декілька разів дистильованою водою.

7. Для отримання дуже чистого посуду попередньо його помийте за одним із методів, а потім обробіть гарячою водяною паром протягом 1 год.

АЛГОРИТМ № 5

Перевірка чистоти лабораторного посуду за методом Болотова

1. Приготуйте суміш Болотова: підігрійте 70 мл 90 % етилового спирту до 60 °С, розчиніть у ньому 0,2 г барвника судану-3 або 0,2 г метилового синього. Додайте 10 мл 20 % розчину аміаку і 10 мл води. Усе ретельно перемішайте.

2. Налийте в посуд суміш Болотова, омийте нею стінки.

3. Вилийте суміш у посудину, в якій вона була раніше.

4. Суміш ретельно змийте проточною водою, потім дистильованою.

Посуд недостатньо вимитий, якщо на його стінках є плями.

Питання для самоконтролю

1. Як зберігають лабораторний посуд?
2. Як визначити чистоту лабораторного посуду?
3. Способи миття лабораторного посуду.
4. Правила роботи з хромовою сумішшю.
5. Способи сушіння лабораторного посуду.
6. Що таке стерилізація?
7. Способи стерилізації лабораторного посуду.
8. Що таке дистиляція?
9. Правила роботи з аквадистилятором.

ЛАБОРАТОРНІ НАГРІВАЛЬНІ ПРИЛАДИ

Матеріальне забезпечення

Пальник Бунзена і Теклю, спиртівка, електрична водяна баня, електрична пісочна баня, муфельна піч, трубчаста піч, тигельна піч, сушильна шафа, термостат.

Навчальна мета

Знати

1. Газонагрівальні прилади.
2. Електронагрівальні прилади.
3. Принцип роботи термостата.
4. Правила безпеки під час роботи з нагрівальними приладами.

Уміти

1. Користуватися спиртівками.
2. Користуватися електричними плитками.
3. Користуватися різними видами бань, сушильною шафою, термостатом, муфельною та тигельною печами.

План проведення заняття

1. Газонагрівальні прилади:
 - а) пальник Бунзена;
 - б) пальник Теклю;
2. Нагрівальні прилади на рідкому паливі (спиртівка).
3. Електронагрівальні прилади:

- а) електроплити;
- б) сушильні шафи;
- в) муфельні печі;
- г) тигельні печі;
- г) водяні бані;
- д) повітряні бані;
- е) піскові бані;
- є) олійні бані;
- ж) термостат;

Теоретичні відомості

З метою безпеки при нагріванні слід дотримуватися таких правил:

- не нагрівати неперемішані розчини;
- при нагріванні розчинів у хімічну склянку слід опустити скляну паличку і час від часу перемішувати вміст, щоб запобігти нерівномірному нагріванню;
- легкозаймисті рідини нагрівати тільки на банях.

Нагрівання

Для багатьох операцій, що проводяться в хімічних лабораторіях, необхідне нагрівання. Одні процеси відбуваються при повільному і рівномірному нагріванні, інші — при швидкому й сильному. Для нагрівання використовують спиртівки, газові горілки та закриті електронагрівальні прилади.

Прийоми поводження зі спиртівкою

1. Ознайомлення з будовою спиртівки. Із спиртівки знімають ковпачок і кладуть його на стіл. Піднімають трохи диск з трубкою і гнотом, не виймаючи його з резервуара. Стежать, щоб диск із трубкою щільно прикривав отвір резервуара спиртівки, аби не міг спалахнути спирт у самому резервуарі.

2. Підготовка спиртівки до запалювання. Спиртівку заправляють у такій послідовності. В резервуар через лійку наливають денатурований спирт (не менше ніж $\frac{1}{3}$ і не більше ніж $\frac{2}{3}$ об'єму спиртівки). У трубку вставляють гніт з нескручених бавовняних ниток (але не з вати або марлі). Гніт повинен входити не дуже щільно, але й не випадати з трубки, має бути однакової товщини по всій довжині і вільно діставати дна спиртівки. Кінець гнота обрізують ножицями. Перед запалюванням гніт змочують спиртом; спиртівку закривають ковпачком, щоб не випаровувався спирт з гнота, інакше її важко буде запалити.

3. Запалювання і гасіння спиртівки. Перш ніж запалити спиртівку, треба перевірити, чи є в ній спирт та чи хороший гніт.

Щоб уникнути пожежі, спирт можна тільки наливати в погашену спиртівку. У спиртівку, що горить, наливати спирт категорично забороняється.

Перед запалюванням спиртівки треба зняти ковпачок, розправити гніт так, щоб одержати полум'я потрібного розміру, і піднести до гнота запалений сірник або скіпку. Не можна запалювати одну спиртівку від іншої, бо при цьому може розлитися спирт і виникнути пожежа.

Щоб збільшити полум'я, треба погасити спиртівку і, тримаючи диск лівою рукою, висунути правою з трубки гніт угору на 1—1,5 см і розправити його.

Якщо під час роботи на гніт потрапить вода, який-небудь розчин або порошок і полум'я зменшиться, треба погасити спиртівку, витягнути трохи гніт і обрізати його. Якщо гніт при цьому укоротиться настільки, що не діставатиме до дна спиртівки, треба взяти новий гніт.

Якщо полум'я спиртівки зменшується, а кінець гнота починає тліти, то це означає, що спирт по ньому не піднімається. Треба погасити спиртівку, долити спирту через лійку або послабити стиснення гнота в трубці.

Зі спиртівкою треба поводитись завжди обережно, щоб не перекинути її і не розбити. Якщо спирт, що горить, розіллється по столу, то треба відразу ж закрити його рушником, засипати піском чи залити водою.

Щоб погасити спиртівку, треба закрити її ковпачком, підносячи його збоку. Ніколи не слід дмухати на запалену спиртівку, щоб її загасити. Це також може спричинити пожежу.

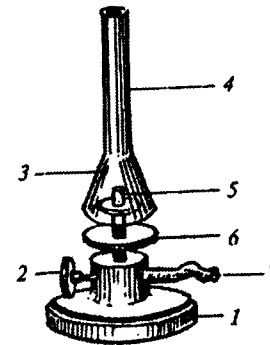
Після закінчення роботи спиртівку треба закрити ковпачком, щоб спирт не випаровувався, а в гніті не скупчувалася вода, що є в спирті. Якщо в гніті збереться вода, то спиртівка горітиме погано, тоді треба вставити в трубку новий гніт.

Прийоми поводження з газовим пальником

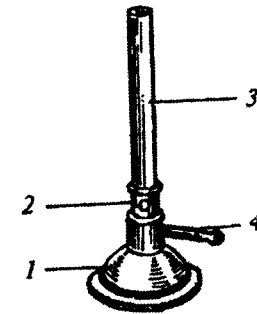
1. Ознайомимось з будовою газових пальників Бунзена та Теклю. Вигвинтіть трубку пальника Теклю із чавунної підставки і розгляньте кожну її частину (мал. 6). Підставка є не тільки опорою для пальника, через неї вводиться і газ. Для цього з боку підставки є відвідна трубка (7), на яку натягують гумовий шланг, з'єднаний з газовим краном. З протилежного боку є гвинт з круглою ручкою (2), за допомогою якого регулюють надходження газу в пальник. Якщо цей гвинт закрутити до краю, тоді газ надходить не буде; відкриваючи гвинт, можна досягти більшої чи меншої подачі газу.

Усередині газового пальника є сталева трубка. Нижня її частина вузька, з гвинтовою нарізкою, що дає змогу вкручувати її в підставку. На нижню частину трубки нагвинчений диск. Трубка пальника (4) посередині розширена. Знизу вона закрита пластинкою з отворами, через які в неї надходить повітря. Розширену частину трубки називають змішувачем (3). У широкій частині трубки повітря змішується з газом, що надходить знизу. Надходження повітря в пальник регулюється поворотом диска (6). Якщо цей диск закручений і щільно закриває отвір змішувача, повітря в пальник не надходить, згоряння газу буде неповним, температура полум'я при цьому знижується, воно стає світлим ("холодним") і кіптявим. Відкручуючи диск, дають доступ повітря, і полум'я стає несвітлим ("гарячим").

Пальник Бунзена (мал. 7) відрізняється від пальника Теклю тим, що в нижній частині трубки (3) і в муфті (2) розміщені два отвори (один навпроти одного) для надходження повітря. Подачу повітря в пальник і тим самим температуру полум'я регулюють поворотом муфти з отворами. Чим повніше ці отвори збігаються з



Мал. 6. Газовий пальник Теклю: 1 — підставка; 2 — гвинт, що регулює надходження газу; 3 — змішувач; 4 — трубка пальника; 5 — трубка для подачі газу в пальник; 6 — диск, що регулює подачу повітря; 7 — відвідна трубка



Мал. 7. Газовий пальник Бунзена: 1 — підставка; 2 — муфта, що регулює надходження повітря; 3 — трубка з наскрізним отвором знизу для змішування газу з повітря; 4 — відвідна трубка

отворами трубки, тим більший доступ повітря і вища температура полум'я.

Пальник Теклю більш досконалий прилад, оскільки в ньому можна точніше регулювати не тільки доступ повітря, а й подачу газу.

2. Підготуйте пальник до запалювання, виконавши такі операції:

а) насадіть один кінець гумового шланга на ріжок газового крана, а другий — на відвідну трубку підставки пальника;

б) поверніть гвинт, що регулює подачу газу, на один-два оберти проти годинникової стрілки (кількість обертів залежить від тиску газу в газовій мережі);

в) закрийте подачу повітря. Для цього підніміть диск пальника Теклю до краю або закрийте отвір подачі повітря поворотом муфти пальника Бунзена. Якщо запалювати пальник при відкритому регуляторі повітря (при великому надлишку повітря), то газ може загорітися всередині трубки (біля вхідного отвору), станеться проскакування полум'я. При цьому з'являється характерний звук.

Зовнішнє полум'я витягується, стає вузьким і набуває зеленого кольору (якщо трубка пальника мідна). Трубка пальника дуже розжарюється, з'являється характерний неприємний запах продуктів неповного згоряння світільного газу. У цьому разі треба негайно закрити газовий кран. Коли пальник охолоне, слід закрити регулятор подачі повітря і запалити пальник знову.

3. Запаліть і погасіть пальник, виконавши такі операції:

а) запаліть сірник, піднесіть його до вихідного отвору пальника збоку і повільно відкрийте газовий кран. Якщо запалений сірник піднести зверху, то сильний струмінь суміші газу й повітря може погасити полум'я;

б) відкрийте регулятор повітря. Для цього опустіть диск пальника Теклю вниз або поверніть муфту пальника Бунзена так, щоб подача повітря була достатньою для повного згоряння газу, але не досить великою, щоб газ горів без шуму і кіптяви. Намагайтеся, щоб полум'я стало голубуватим, не світлим;

в) відрегулюйте газовим краном або гвинтом пальника висоту полум'я (вона повинна бути близько 8—10 см);

г) вимкніть газовий пальник, закривши кран газової мережі.

Коли працюєте з полум'ям, пам'ятайте: пара і газу вогне-небезпечні: з повітрям вони утворюють вибухову суміш, тому необхідно дотримуватися правил техніки безпеки

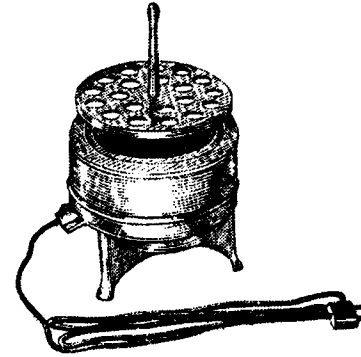
Намалюйте схему будови полум'я, на якій зазначте зони з високою і найвищою температурою. Зробіть висновок про практичне значення знання будови полум'я і температури його частин.

Електронагрівальні прилади

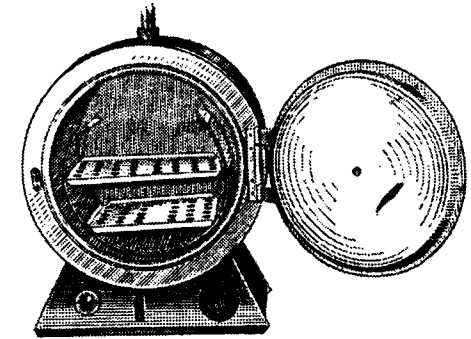
До електронагрівальних приладів належать електроплитка, сушильна шафа, муфельна піч, тигельна піч, водяна баня, повітряна баня, піскова баня, олійна баня, термостат.

Вмикати електроприлад слід тільки в ту електричну мережу, на напругу якої розрахований прилад.

Електричні водяні бані застосовують для нагрівання до температури 100 °С. Вони забезпечують рівномірне нагрівання і не доводять до місцевого перегрівання (мал. 8).



Мал. 8. Водяна баня



Мал. 9. Сушильна шафа

Повітряна баня призначена для нагрівання за допомогою гарячого повітря. За будовою вона подібна до водяної бані, але в неї немає дна і водомірного скла.

Електричні піскові бані застосовують для повільного рівномірного нагрівання до температури 100—400 °С.

Олійні бані побудовані так само, як водяні, але заповнені мінеральною олією.

Для нагрівання до вищих температур (1000—1500 °С) використовують *електричні печі*: муфельні, трубчасті, тигельні.

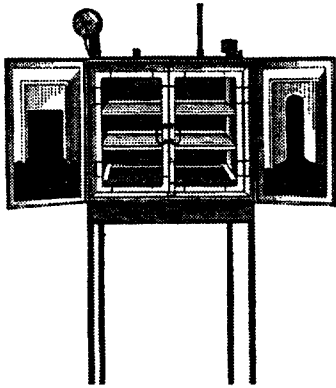
Електричні муфельні печі слугують для прожарювання осаду в тиглях. Нагрівальні елементи в них виготовлені, як правило, з ніхромової дротини. Температура в цих печах може досягати від 800—1200 °С.

У муфельних печах прожарюють речовини за підвищених температур. У печі не можна розливати реактиви. Розжарені тиглі виймають з муфельної печі довгими тигельними щипцями.

Тигельні печі подібні до муфельних, але менших розмірів, оскільки вони розраховані на сушіння матеріалу в тиглях.

Електричні сушильні шафи призначені для висушування посуду, осадів. Температура в них змінюється в проміжках 20—300 °С. Шафи оснащені спеціальним автоматичним регулятором (мал. 9).

Термостат — прилад, призначений для постійного підтримання певної температури (мал. 10). Найчастіше термостат встанов-



Мал. 10. Термостат

люють на температуру людського тіла, тобто на 37°C . У термостаті вирощують на живильних середовищах культури бактерій, здійснюють серологічні та біохімічні реакції.

Термостати обігріваються електрикою або газом, але принцип їх будови однаковий. Термостат являє собою камеру з подвійними дерев'яними, металевими або пластмасовими стінками. У товщу зовнішньої стінки вкладають шар теплоізоляційного матеріалу: азбест, повсть, корок.

Між стінками термостата (залежно від конструкції) наливають воду або трубками циркулює нагріте повітря, або є металеві спіралі, по яких проходить струм.

Дверцята термостата роблять подвійними. Зовнішні дверцята масивні, оббиті зсередини теплоізоляційним матеріалом. Другі дверцята — із скла, вставленого в металеву рамку. Обидва дверцята зачиняють для підтримання постійної температури. Всередині термостата розміщені полицки з металеві сітки, на які ставлять штативи з пробірками тощо. Полички роблять несучільними, щоб усередині термостата вільно переміщувалося нагріте повітря і тепло поширювалося рівномірно по усій камері.

У термостат через спеціальний отвір вставлено спеціальний термометр, який показує температуру всередині камери. Стабільність температури в термостаті підтримується за допомогою терморегуляторів. Якщо температура в камері стає вищою від заданої, то терморегулятор механічно вимикає джерело тепла, а при зниженні — вмикає його. Існує декілька видів терморегуляторів: біметалевий, контактний та ін. В електричних термостатах встановлюють біметалеві терморегулятори.

АЛГОРИТМ № 6

Робота зі спиртівкою

1. Зніміть ковпачок зі спиртівки.
2. Запаліть гніт сірником.
3. Не торкайтеся гноту, щоб полум'я не потрапило всередину спиртівки.
4. Не запалюйте спиртівку, нахилиючи її до іншої.
5. Стежте, щоб спиртівка не перегрівалася. Це вибухонебезпечно.
6. Не залишайте спиртівку порожньою, тому що скупчені випари спирту можуть спалахнути і вибухнути.
За необхідності тривалого нагрівання краще користуватися двома спиртівками.
7. Закрийте спиртівку ковпачком (щоб її загасити).

АЛГОРИТМ № 7

Робота з пальником Бунзена

1. Закрийте доступ повітря.
2. Відкрийте газовий кран і запаліть газ біля виходу пальника.
3. Якщо газ не загоряється зразу, дайте повітрю вийти і запаліть пальник.
4. Регулюйте подачу повітря так, щоб полум'я було незадимлене, прозорого блакитного кольору.

АЛГОРИТМ № 8

Правила роботи з електронагрівальними приладами

1. Не нагрівайте неперемішані розчини.
2. Покладіть скляну паличку при нагріванні розчину в хімічній склянці і періодично помішуйте її вміст, щоб запобігти нерівномірному нагріванню.
3. Нагрівайте легкозаймисті рідини тільки на банях.
4. Не залишайте без нагляду ввімкнуті в електромережу нагрівальні прилади.

Питання для самоконтролю

1. На які групи поділяються лабораторні нагрівальні прилади?
2. Які газонагрівальні прилади вам відомі?
3. Яких заходів безпеки слід дотримуватися під час роботи з газовими пальниками?
4. Правила безпеки під час роботи зі спиртівкою.
5. Які ви знаєте електронагрівальні прилади?
6. Порядок нагрівання речовин на водяній, повітряній та пісковій банях і безпека під час роботи з ними.
7. Як саме слід нагрівати речовини в різних видах скляного та фаянсового посуду?
8. Що таке термостат? Принцип його роботи.

РЕАКТИВИ, ЇХ ОЧИЩЕННЯ. КРИСТАЛІЗАЦІЯ. ФІЛЬТРУВАННЯ. ЦЕНТРИФУГУВАННЯ. ДИСТИЛЯЦІЯ

Матеріальне забезпечення

Прості й складні паперові фільтри, фільтрувальний матеріал, центрифуга.

Навчальна мета

Знати

1. Класифікацію хімічних реактивів.
2. Способи очищення хімічних реактивів.
3. Правила зберігання хімічних реактивів.
4. Способи фільтрування.
5. Принципи роботи центрифуги.
6. Правила безпеки під час фільтрування під вакуумом, центрифугування, дистиляції.

Уміти

1. Подрібнювати тверді речовини.
2. Фільтрувати.
3. Центрифугувати.
4. Дотримуватися правил безпеки під час фільтрування під вакуумом, центрифугування, дистиляції.

План проведення заняття

1. Класифікація хімічних реактивів.
2. Фільтрування:

- а) у звичайних умовах;
- б) під вакуумом.
3. Центифугування.
4. Перекристалізація.
5. Сублімація.
6. Дистиляція.

Теоретичні відомості

Класифікація хімічних реактивів: технічний (техн.), чистий (ч.), чистий для аналізу (ч.д.а.), хімічно чистий (х.ч.), особливо чистий (о.ч.).

Фільтрування

Фільтрування — це процес руху рідини або газу через пористу перегородку, який супроводжується осадженням на ній твердих частинок.

Фільтрувальними матеріалами можуть бути органічні та неорганічні речовини: волокнисті (вата, вовна, тканини, синтетичні волокна); зернисті (кварцовий пісок); пористі (папір, кераміка). Вибір фільтрувального матеріалу залежить від вимог до чистоти розчину, а також від його властивостей.

Щоб відокремити від розчину нерозчинні домішки, його фільтрують крізь дрібнопористий матеріал, який затримує нерозчинні частинки. Найчастіше фільтрують крізь фільтри, які виготовляють з фільтрувального паперу. Для цього вирізують квадратик з фільтрувального паперу, складають його вдвоє, а потім ще раз удвоє. Складений вчетверо квадрат обрізують по дузі кола так, щоб утворився сектор. Потім відхиляють один шар паперу в секторі і одержують конус. Його вставляють у лійку так, щоб він усією поверхнею щільно прилягав до поверхні лійки, змочують фільтр водою і обережно притискають до стінок лійки. Розмір фільтра потрібно вибирати такий, щоб верхній край уставленого в лійку фільтра був нижче від верхнього краю лійки не менше ніж на 0,5 см.

Для фільтрування осадів у гравіметричному аналізі використовують *беззольні фільтри*. Беззольні фільтри бувають різного діаметра (5—15 см). На кожній пачці зазначено масу золи одного фільтра, яка не перевищує 0,1 мг. За розміром пор беззольні фільтри поділяють на три види: найщільніші (позначені *синьою* смужкою), проміжної щільності (*білою*), найменш щільні (*червоною*). Фільтри із синьою смужкою використовують для фільтрування дрібнокристалічних осадів (BaSO_4).

Для фільтрування аморфних осадів користуються фільтрами з червоною смужкою.

Якщо осад після фільтрування не використовують, то фільтрувати можна за допомогою складчастого фільтра. Це буває набагато швидше, ніж через гладкий фільтр. Складчастий фільтр виготовляють із гладкого фільтра: розкривають гладкий фільтр і перегинають його сектор послідовно то в один, то в другий бік у вигляді гармошки. Її розправляють і одержують складчастий фільтр.

Для фільтрування осадів, які переводять у вагову форму висушуванням, користуються *скляними тиглями* або *лійками з пористим дном*. Пористі пластинки виготовляють, опікаючи скляний порошок. Промисловість виготовляє чотири види таких тиглів і лійок, які різняться між собою розміром пор. Фільтрування через такі тиглі і лійки проводять під вакуумом. Відфільтрований і промитий осад можна в такому тиглі висушувати за температури до 180 °C (не вище!).

Фільтрувати можна різними способами: у звичайних умовах, при нагріванні під вакуумом.

Розчин, який відфільтровується і витікає з лійки, називається фільтратом.

Якщо треба відфільтрувати гарячий розчин, то застосовують спеціальну лійку для гарячого фільтрування з електричним або водяним підігрівом. Скляна лійка з фільтром нагрівається металевою лійкою з боковим відростком. У лійці з електричним підігрівом між металевими стінками вмонтований нагрівальний елемент. Між стінками металевої лійки наливають воду. Після того як скляна лійка прогріється, підставляють склянку і швидко фільтрують гарячий розчин.

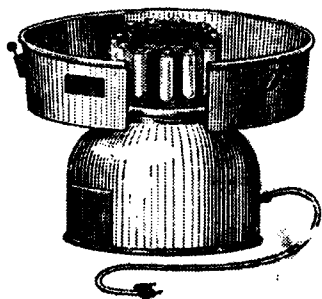
Фільтруванням під вакуумом краще відділяється тверда речовина від рідини і збільшується швидкість процесу. Для цього збирають прилад, що складається із пристрою для фільтрування (лійки Бюхнера, сполученої з колбою Бунзена), склянки, водоструминного насоса.

Ефективність процесу фільтрування оцінюється швидкістю і повнотою відділення твердих частинок від рідини або газу. На нього впливають: в'язкість (легше фільтруються рідини з малою в'язкістю); температура (чим вища температура, тим легше фільтрується розчин, оскільки в'язкість рідин зменшується при нагріванні); тиск (чим більша різниця тисків по обидва боки фільтра, тим вища швидкість фільтрування); розмір і характер частинок твердої речовини (чим більший розмір частинок порівняно з розміром пор фільтра, тим швидше й легше проходить фільтрування).

Центрифугування

Цю операцію застосовують тоді, коли фільтрувальні речовини забивають пори фільтра, псуються при зіткненні з фільтрувальним матеріалом або вони дрібнодисперсні.

Для центрифугування застосовують центрифуги (мал. 11). Розчини наливають у спеціальні пробірки, які розміщують попарно одна навпроти другої.



Мал. 11. Центрифуга

При обертанні центрифуги з великою швидкістю під дією відцентрової сили частини речовини, вміщеної в центрифугу, відкидаються від центра і збираються на дні посудини.

При роботі з центрифугою необхідно дотримуватися таких правил:

- центрифугу розміщують на стійкому важкому столі;
- під час центрифугування кришка центрифуги повинна бути затиснута спеціальними затискачами;
- центрифугувати можна тільки парну кількість пробірок з однакови-

ми масами речовин, розміщеними одна навпроти другої. Якщо кількість пробірок непарна, то ставлять одну пробірку з дистильованою водою;

- після вимкнення центрифуги треба зачекати, поки вона не перестане обертатися, а потім відчинити кришку.

Перекристалізація

Очищення твердих хімічних речовин перекристалізацією полягає в різній розчинності певної речовини в певному розчиннику залежно від температури. Процес перекристалізації складається з декількох етапів: приготування розчину, фільтрування гарячого розчину, охолодження, кристалізація, відділення кристалів від маточного розчину.

Речовину, яку необхідно перекристалізувати, розчиняють у дистильованій воді або в органічному розчиннику при певній температурі. У гарячий розчинник невеликими порціями вводять кристалічну речовину доти, поки вона перестане розчинятися. Гарячий розчин відфільтровують на лійці для гарячого фільтрування. Фільтрат збирають у склянку, поставлену в кристалізатор з холодною водою, подрібненим льодом або з охолодженою сумішшю. При охолодженні з відфільтрованого насиченого розчину випарюють дрібні кристали. Їх відфільтровують на лійці Бюхнера, потім висипають з неї кристали на складений удвоє листок фільтрувального паперу. Скляною паличкою розміщують кристали рівним шаром, накривають іншим листком фільтрувального паперу і відтискають кристали між листками. Операцію повторюють декілька разів, поки папір не перестане зволожуватися. Потім кристали переносять у банку.

Щоб отримати дуже чисту речовину, перекристалізацію повторюють декілька разів.

Сублімація

Сублімація — це процес, за якого кристалічна речовина випаровується, а потім конденсується з утворенням кристалів. Від перекристалізації сублімація відрізняється більшим виходом чисто-

го продукту і відбувається за температури нижчої, ніж температура плавлення речовини. Її застосовують тоді, коли речовину неможливо очистити перекристалізацією, оскільки вона розкладається при температурі плавлення.

У фаянсову ступку кладуть речовину, що сублімується, накривають лійкою, між ступкою і лійкою кладуть фільтрувальний папір з отвором, щоб утворені кристали не падали знову в ступку. Дно ступки обережно нагрівають, лійку охолоджують вологим фільтрувальним папером. Чиста речовина осаджується на стінках лійки.

Дистиляція, або перегонка

Воду дистилюють за допомогою аквадистилляторів (АД).

Аквадистилатори — це установки, призначені для добування апірогенної води. Принцип конструкції у різних АД спільний: вихідна вода нагрівається, доводиться до кипіння, випаровується, а пара потім конденсується і охолоджується. Сучасні АД є комплексними установками, що складаються з водопідготовлювачів, сепараторів, конденсаторів, холодильників, алонжів (перехідних трубок до збірників), збірників.

Залежно від конструкції аквадистилатори поділяють на автономні, залежні, багатоступінчасті, атмосферні, вакуумні, атмосферно-вакуумні.

Використовують відцентрові, інерційні, гравітаційні та комбіновані сепаратори.

Збирають та зберігають апірогенну воду в спеціальних збірниках. Використовують збірники двох типів: з конструктивним елементом для нагрівання і охолодження апірогенної води і без нього.

Встановлений параметричний ряд АД використовують медичні заклади. АД повинні переганяти 1—1,5; 4; 10; 20 л/год і т.д. Існують збірники місткістю — 6, 16, 40, 100 і 250 л.

Дистильована вода (*Agua destillata*) — вода, очищена від розчинених у ній домішок шляхом дистиляції. Вона широко застосовується як розчинник у медицині для приготування розчинів лікарських речовин. Простерилізовану дистильовану воду використовують для приготування ліків (очних крапель). Її отримують із питної води в спеціальних перегонних апаратах — аквадистилато-

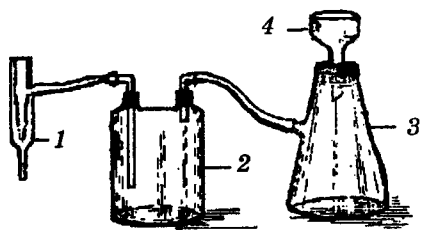
рах. Воду шляхом дистиляції очищують від нелетких домішок, для чого її попередньо кип'ятять протягом 15—30 хвилин у відкритому котлі або обробляють спеціальними хімічними речовинами, переводячи леткі речовини в нелеткі. Перші порції дистиляту відкидають. Дистильована вода, зібрана в приймач, повинна бути захищена від потрапляння пилу та інших домішок. Одержана із дотриманням усіх необхідних правил, дистильована вода є прозорою безбарвною рідиною без запаху і смаку, її рН 5,0—6,8, сухий залишок не повинен перевищувати 0,001 %. Дистильована вода повинна відповідати певним вимогам щодо вмісту відновлюваних речовин, амоніку та амонійних солей, диоксиду карбону, нітратів і нітритів, хлоридів, сульфатів, кальцію та важких металів.

АЛГОРИТМ № 9 Фільтрування

1. Покладіть у середину лійки який-небудь фільтрувальний матеріал (вату, папір).
2. Приготуйте з фільтрувального паперу простий або складний фільтр.
3. Вкладіть фільтр у лійку так, щоб його верхній край був не нижче ніж на 0,5—1 см від позначки.
4. Змочіть вкладений фільтр дистильованою водою з промивалки або фільтрувальним матеріалом і притисніть його пальцем до скла.
5. Закріпіть лійку на кільці штативу так, щоб кінець лійки торкався стінки посудини.
6. Зливайте рідину по скляній паличці, притиснувши до стінок лійки (рідина повинна стікати по паличці, не розбризкуючись).
7. Тримайте паличку лівою рукою вертикально над лійкою так, щоб нижній кінець палички був близько до фільтрату (паличка не повинна торкатися фільтра, щоб не порвати його).

АЛГОРИТМ № 10 Фільтрування під вакуумом

1. Зберіть прилад (мал. 12), який складається з водоструминного насоса, запобіжної склянки, колби Бунзена і лійки Бюхнера або тиглі для фільтрування (тиглі Шота або тиглі Гуча).



Мал. 12. Фільтрування під вакуумом:

1 — водоструминний насос; 2 — запобіжна склянка; 3 — колба Вунзена; 4 — лійка Бюхнера

2. Увімкніть водоструминний насос.

3. Налийте з промивалки небагато дистильованої води на фільтр і притисніть краї фільтра до дна лійки.

4. Стежте за тим, щоб осад не переповнював лійку.

5. Фільтрат, який збирається в колбі Бунзена, не повинен доходити до відростка, який сполучає колбу із запобіжною склянкою.

6. Якщо фільтрату набиралося багато, фільтрування припиніть, опорожніть колбу Бунзена і тільки після цього відновіть роботу.

7. Від'єднайте колбу Бунзена від запобіжної склянки.

8. Вимкніть водоструминний насос.

9. Вийміть лійку з колби, поверніть її над фільтрувальним папером (або яким-небудь підготовленим посудом).

10. Постукайте по стінках лійки так, щоб з неї випав осад.

АЛГОРИТМ № 11

Центрифугування

1. Розмістіть центрифугу на стійкому важкому столі.

2. Помістіть центрифужні пробірки з однаковими масами речовин попарно одна навпроти другої.

3. Якщо кількість пробірок непарна, то поставте одну пробірку з дистильованою водою.

4. Затисніть кришку центрифуги спеціальними затискачами.

5. Увімкніть центрифугу на заданий режим роботи.

6. Вимкніть центрифугу, зачекайте, поки вона не перестане обертатися.

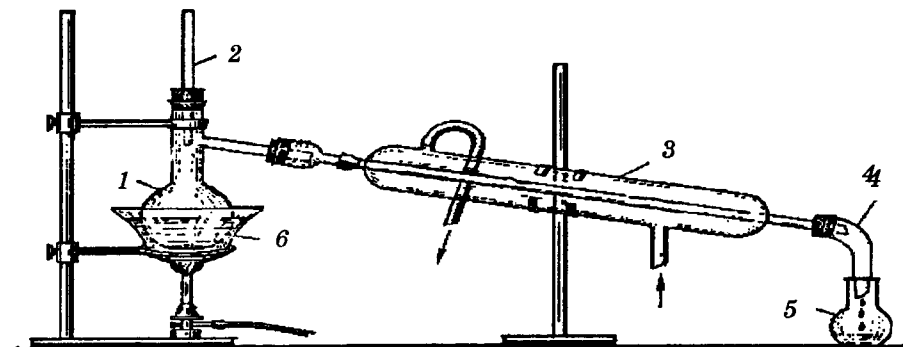
7. Відкрийте кришку.

8. Вийміть пробірки, відділіть центрифугат від осаду.

АЛГОРИТМ № 12

Дистиляція

1. Зберіть прилад для перегонки рідини (мал. 13).



Мал. 13. Прилад для перегонки рідини:

1 — колба Вюрца; 2 — термометр; 3 — холодильник Лібиха; 4 — алонж; 5 — приймач; 6 — водяна баня

2. Перевірте, чи добре підібрані пробки і чи правильно вставлений термометр.

3. Вставте в колбу Вюрца лійку з довгою трубкою.

4. Налийте в колбу Вюрца рідину для перегонки.

5. Помістіть у колбу декілька капілярів з одним запаяним кінцем (запаяний кінець повинен бути над рідиною).

6. Закрийте горло колби пробкою з термометром.

7. Підставте збірник для дистиляту.

8. Нагрійте колбу.

9. Стежте, щоб рідина кипіла рівномірно.

10. Стежте за показаннями термометра після закипання рідини.

11. Відберіть першу порцію дистиляту — це домішки.

12. Підставте другий збірник тоді, коли показання термометра відповідатимуть температурі кипіння речовини, яку переганяють, зберіть перегану речовину.

13. Перегонку закінчіть тоді, коли в колбі Вюрца залишиться ще невелика кількість рідини.

Питання для самоконтролю

1. Класифікація хімічних реактивів за чистотою.
2. Які є способи очищення хімічних реактивів?
3. Які правила зберігання хімічних реактивів?
4. Які способи подрібнення твердих речовин?
5. Що таке кристалізація?
6. Що таке фільтрування?
7. Які існують фільтрувальні матеріали?
8. Які є способи фільтрування? У чому їхня суть?
9. Що таке центрифугування?
10. Призначення та принципи роботи центрифуги.
11. Що таке перекристалізація?
12. Що таке дистиляція?
13. Правила безпеки при фільтруванні під вакуумом, центрифугуванні.
14. Які ви знаєте способи відокремлення осаду від розчину?
15. Як виготовити фільтр?
16. Для чого промивають осад на фільтрі?
17. Які ви знаєте способи прискорення фільтрування?
18. У яких випадках користуються скляними тиглями або лійками з пористим дном?

ТЕРЕЗИ

Матеріальне забезпечення

Терези: аптечні, технохімічні та аналітичні, торсійні, різноважки.

Навчальна мета

Знати

1. Будову технохімічних терезів.
2. Будову аптечних та аналітичних терезів.
3. Будову торсійних терезів.

Уміти

1. Зважувати на технохімічних терезах.
2. Зважувати на аптечних та аналітичних терезах.

План проведення заняття

1. Будова терезів:
 - а) аптечних;
 - б) технохімічних;
 - в) торсійних;
 - г) аналітичних.
2. Правила зважування:
 - а) на технохімічних терезах;
 - б) на торсійних терезах;
 - в) на аналітичних терезах.

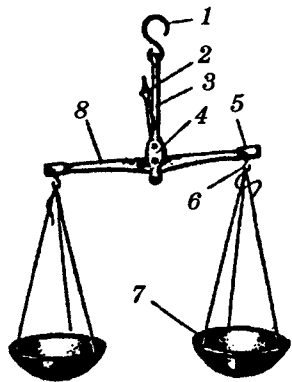
Теоретичні відомості

Правила роботи на аптечних (ручних) терезах

При зважуванні терези беруть за кільце обіймиці великим і вказівним пальцями лівої руки так, щоб середній і безіменний пальці, не торкаючись обіймиці, могли обмежувати коливання стрілки як в один, так і в другий бік, а після зважування притримувати стрілку посередині обіймиці.

Чутливість терезів перевіряють шляхом визначення мінімального навантаження (мг), яке спричинило стандартне відхилення від положення стрілки рівноваги. За стандартне відхилення для ручних терезів приймають вихід стрілки із обіймиці до половини своєї довжини. У неробочому стані аптечні терези зберігають у підвішеному стані на гачку спеціального штатива або ж у коробці.

Будова аптечних терезів



Мал. 14. Аптечні терези:

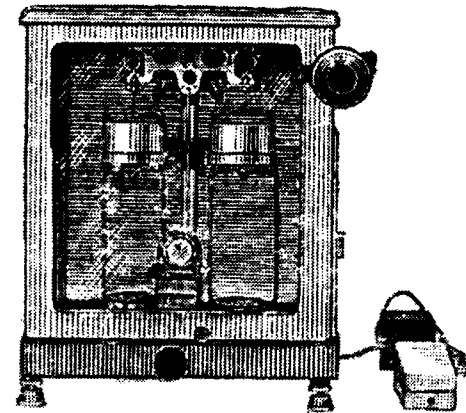
1 — обіймиця; 2 — стрілка; 3 — кільце; 4 — щічки; 5 — вантажоприймальні призми; 6 — сережки; 7 — шальки; 8 — коромисло

Аптечні терези (мал. 14) складаються з коромисла (8), що несе стрілку (2) і опирається своєю опорною призмою на кільцеподібну подушку, запресовану в обіймиці (1) з кільцем (3). Щічки (4) оберігають призму від зісковзування з обіймиці. На кінцях коромисла прикріплені вантажоприймальні призми (5), на які прикріплені сережки (6). До останніх на шовкових шнурах підвішені пластмасові шальки (7). У сучасних конструкціях аптечних терезів шовкові шнури можуть бути замінені на спеціальні тримачі шальок, що виготовляються із спеціального дроту.

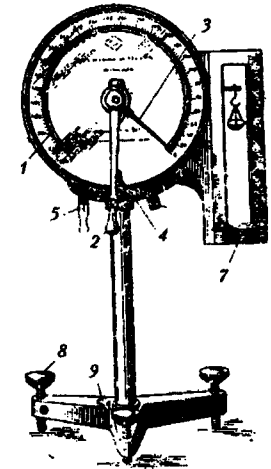
Аптечні ручні терези застосовують для відважування сипких речовин у кількості 0,01—100 г.

Аналітичні терези

Аналітичні терези дуже точний і делікатний прилад, на якому можна зважувати з точністю до 0,0001—0,0002 г. Максимальне навантаження терезів 200 г. Приступаючи до роботи, слід пам'ятати, що аналітичні терези — один з найточніших і дуже важливих вимірювальних приладів у лабораторіях кількісного аналізу. Поводитися з ними треба обережно (мал. 15). Крім названих, існують ще й торсійні терези (мал. 16).



Мал. 15. Аналітичні терези



Мал. 16. Торсійні терези:

1 — шкала; 2 — ручка; 3 — стрілки; 4 — лінія рівноваги; 5 — ручка аретира; 6 — головка регулятора; 7 — футляр для чашечок; 8 — установчий гвинт; 9 — рівень

Правила роботи на аналітичних терезах

1. Перед кожним зважуванням необхідно перевіряти стан терезів. Акуратно витерти пил, перевірити нульову точку.
2. При виявленні неполадок не лагодити терези самому.

3. Не можна допускати ніяких зіткнень з неаретованими терезами. Опускати і піднімати аретир треба обережно плавним поворотом ручки.

4. Не зсувати терези з місця.

5. Не перевантажувати терези (>200 г).

6. Категорично забороняється зважувати речовини безпосередньо на шальці терезів. Зважувану речовину поміщають в бюкс, тигель, або на годинникове скельце.

7. Додавати або зменшувати кількість речовини, яку зважують, можна тільки поза футляром терезів.

8. Не можна зважувати гарячі або дуже холодні предмети, а також мокрі і брудні. Зважувані предмети повинні мати температуру вагової кімнати, для цього їх треба покласти на 15—20 хв біля терезів.

9. Проводити усі зважування одного аналізу треба на одних і тих самих терезах, користуючись одними і тими ж різноважками.

10. Після закінчення зважування необхідно переконатися, що терези аретовані, навантаження знято, дверцята повністю зачинені.

Порядок зважування на аналітичних терезах

1. Перевіряють, чи не забруднені терези і чи правильно вони встановлені; перевіряють наявність усіх різноважок у комплекті.

2. Вмикають терези в освітлювальну мережу.

3. Перевіряють нульову точку. Для цього відкривають до відказу аретир і дивляться на екран вейтрографа. При ненавантажених терезах нуль шкали повинен точно збігатися з вертикальною відділковою лінією на екрані; якщо такого збігання немає, то невеликим поворотом головки коректора, що знаходиться вище від ручки аретира, його досягають. Таким чином можна установити нульову точку, якщо вона відхилена на 2—3 поділки. Якщо ж відхилення більше, необхідно налагодити терези.

4. Кладуть предмет на ліву шальку терезів і зачиняють дверцята.

5. Відчиняють праві дверцята і починають підбирати різноважки, починаючи від більшої до меншої по черзі. Після кожної поставленої різноважки відчиняють аретир і дивляться, куди відхиляється стрілка терезів.

Повністю відчиняти при цьому аретир не можна!

Ручку аретира повертають настільки, щоб було чітко видно, куди відхиляється стрілка. Якщо чергова різноважка покаже, що маса її велика, треба зменшити масу поставлених різноважок на 1 г і починати підбирати частки грама.

6. Спочатку підбирають десяті частки грама, повертаючи відповідний диск, і суміщують з показником різні цифри. При кожному повороті диска терези необхідно попередньо аретувати. Коли навантаження, навішане цим диском, виявиться великим, його зменшують на 0,1 г.

7. Підбирають соті частки грама, повертаючи відповідний диск.

8. Знайшовши певну масу з точністю до 0,01 г, відчиняють аретир повністю і знімають показники шкали за допомогою вейтрографа. Великі поділки шкали позначені цифрами із знаком плюс або мінус. Знак плюс означає, що величину відліку треба додати, а знак мінус — що величину відліку треба відняти. Важко підібрати соті частки грама так, щоб відлік по шкалі був із знаком плюс.

9. Записують результат зважування в робочий журнал. Маса зважуваного предмета (речовини) повинна бути записана в журнал з точністю до четвертого знака після коми.

Взяття наважки

Наважкою називається певна кількість речовини, зважена на аналітичних терезах. Речовину зважують у бюксі або на годинниковому скельці на аналітичних терезах з точністю до 0,0002 г.

1. Перевіряють, щоб бюкс або годинникове скельце були чистими і абсолютно сухими.

2. Дотримуючись усіх правил зважування, зважують бюкс або годинникове скельце.

3. Додають масу бюкса або скельця з масою необхідної наважки, визначаючи їх загальну масу.

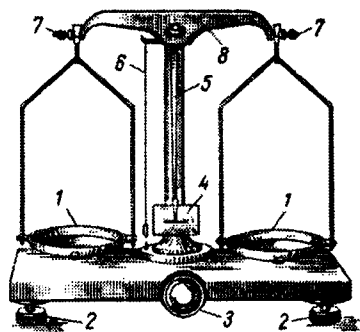
4. Знімають з терезів навантаження, відповідне масі бюкса і кладуть нове, рівне загальній масі бюкса і наважки.

5. Знімають бюкс із терезів, насипають у нього трохи речовини і знову кладуть на терези. Обережно відкриваючи аретир, спостерігають за відхиленням стрілки і встановлюють, мало чи багато ре-

човини в бюксі. Досипають або відсипають речовину, знімаючи бюкс із шальки терезів, доки не набереться потрібна маса.

АЛГОРИТМ № 13

Правила зважування на технохімічних терезах



Мал. 17. Технохімічні терези:

1 — шальки; 2 — опорні гвинти; 3 — ручка аретира; 4 — шкала; 5 — стрілка; 6 — висок; 7 — увальні гайки; 8 — коромисло

1. Перевірте справність терезів (мал. 17).

2. Зрівноважте терези.

3. Насипте зважуваний матеріал на чистий листок паперу, на годинникове скло, в бюкс або скляночку.

4. Стежте за відхиленням стрілки терезів, вивільняючи аретир.

5. Підбирайте різноважки або набирайте потрібну кількість матеріалу доти, поки терези не будуть зрівноважені, тобто стрілка не буде стояти на нулю шкали.

6. Підрахуйте отримані значення маси за порожніми гніздами, запишіть результати зважування в робочий журнал.

7. Різноважки складіть у футляр.

АЛГОРИТМ № 14

Правила зважування на аналітичних терезах

1. Перевірте стан терезів: витріть пил і забруднення спеціальним гладким пензлем.

2. Покладіть праворуч від терезів різноважки, а зліва — ексикатор або зважуваний предмет.

3. Увімкніть терези в освітлювальну мережу.

4. Установіть нульову точку терезів.

5. Відчиніть ліві дверцята терезів і поставте в центр лівої шальки предмет, який потрібно зважити, після цього закрийте дверцята.

6. Відчиніть праві дверцята. Візьміть пінцетом граміву гирку і покладіть її в центр шальки терезів.

7. Поверніть лівою рукою ручку аретира і помітьте, куди відхиляється стрілка. Не відкривайте повністю аретир.

8. Повертайте обережно ручку аретира. Якщо поставлена різноважка покаже, що маса її велика, зменшіть масу поставлених різноважок на 1 г і починайте підбирати частки грама.

9. Підбирайте спочатку десяті частки грама, повертаючи відповідний диск.

10. Аретуйте терези попередньо при кожному повороті диска.

11. Підбирайте соті частки грама, повертаючи відповідний диск.

12. Відчиніть аретир повністю, знайшовши певну масу з точністю до 0,01 г.

13. Зніміть показники шкали за допомогою вейтографа (великі поділки шкали позначені цифрами із знаком плюс або мінус. Знак плюс означає, що величину відліку треба додати, а знак мінус — що величину відліку треба відняти).

14. Запишіть результат зважування в робочий журнал з точністю до четвертого знака після коми.

Питання для самоконтролю

1. У яких випадках при зважуванні користуються технохімічними терезами, а в яких — аналітичними?

2. Будова аптечних терезів.

3. Правила зважування на аптечних терезах.

4. Будова технохімічних терезів.

5. Правила зважування на технохімічних терезах.

6. Правила зважування на аналітичних терезах.

7. Чому не можна брати руками різноважки?

8. Чому аналітичні терези найкраще установити в окремій кімнаті на мармурову дошку?

ВИЗНАЧЕННЯ КРИСТАЛІЗАЦІЙНОЇ ВОДИ В КРИСТАЛІЧНОМУ ХЛОРИДІ БАРІЮ

Матеріальне забезпечення

Сушильна шафа, муфельна піч, фільтри, бюкс, кристалічний хлорид барію, аналітичні терези, аптечні терези.

Навчальна мета

Знати

1. Правила зважування на технічних, аптечних і аналітичних терезах.

Уміти

1. Визначати кристалізаційну воду в кристалічному хлориді барію гравіметричним методом.

План проведення заняття

1. Визначення кристалізаційної води в кристалічному хлориді барію.

Теоретичні відомості

Ваговий аналіз

Ваговий аналіз — найбільш вивчений метод кількісного аналізу. Він відомий з тих пір, як виникла аналітична хімія, і є основ-

ним методом визначення відносних атомних мас елементів. За допомогою цього аналізу виявлено хімічний склад більшості речовин, ним користуються для встановлення чистоти речовин. Ваговий метод аналізу має ряд недоліків, головний із них — велика затрата часу на виконання визначення.

Суть вагового аналізу полягає в тому, що складову частину речовини, яку визначають, відокремлюють осаджуванням у вигляді важкорозчинної сполуки відомого сталого складу і потім зважують.

Щоб визначити той чи інший йон ваговим методом, необхідно, щоб осад, який утворюється, відповідав таким вимогам:

а) він має бути практично нерозчинним, тобто після осадження в розчині йона, який визначають, повинно бути менше, ніж можна зважити на аналітичних терезах. Чутливість аналітичних терезів становить $0,0001 \text{ г}$ ($1 \cdot 10^{-4} \text{ г}$). Коли розчинність осаду буде менша ніж $1 \cdot 10^{-4} \text{ г}$, то втрати такої кількості речовин не впливатимуть на результати вагового визначення;

б) склад осаду після висушування або прожарювання має відповідати певній формулі;

в) розмір зерна осаду повинен бути більший, ніж пори фільтра, тобто осад повинен добре відокремлюватись від розчину фільтруванням;

г) відносна молекулярна маса вагової форми повинна бути за можливості великою, щоб похибка визначення якнайменше впливала на результати.

У гравіметричному аналізі умови осадження визначаються такими факторами.

1. **Кількість речовини.** Кількість речовини, яку беруть для аналізу, повинна забезпечити достатню точність зважування проби і вагової форми осаду. Установлено, що при аналізі певних сполук для визначення основного компонента рекомендується брати $0,01$ еквівалентної маси речовини для аморфних осадів. Отже, наважка, залежно від величини еквівалентної маси досліджуваної речовини, повинна бути $0,1$ — 1 г . Для визначення мікрокомпонентів беруть наважки масою 10 — 100 г .

2. **Вибір осаджувача та його концентрація.** Найкращим осаджувачем є такий, який утворює з йоном, що визначається, найменш

розчинну сполуку і не утворює нерозчинних сполук з іншими йонами, наявними в розчині. Однак специфічності реакції важко добитися тільки вибором осаджувача. Її досягають певними умовами проведення реакції — створенням певної кислотності розчину, введенням комплексоутворювачів тощо.

На практиці осаджувача беруть в 1,5 разу більше, ніж потрібно за стехіометричними рівняннями. Внаслідок впливу однойменного йона надлишок осаджувача зменшує розчинність осаду.

3. Концентрація водневих йонів. Найчастіше в аналізі застосовують осаджувачі, які є солями слабких кислот (оксалати, фосфати) або слабкі кислоти (сульфідна). Вміст аніонів цих осаджувачів залежить від вмісту йонів гідрогену в досліджуваному розчині. Розчинність відповідних осадів (фосфатів, сульфідів) значно збільшується при збільшенні вмісту йонів гідрогену. Концентрація йонів гідрогену повинна бути такою, щоб забезпечувалася достатня концентрація йона-осаджувача для практично повного осадження йона, який визначається.

4. Концентрація розчинів під час осадження. Для осадження кристалічних осадів користуються розведеними розчинами. У цих умовах осади утворюються у формі більших кристалів (менше забруднюються). Аморфні осади (особливо гідроксиди металів) осаджують із концентрованих розчинів. Цим досягається зменшення загальної поверхні осаду, а тому і зменшення адсорбції сторонніх йонів.

5. Температура. При осадженні аморфних осадів нагрівання сприяє коагуляції колоїдних частинок і укрупненню зерен осаду. Осадження кристалічних осадів з гарячих розчинів сприяє збільшенню їх розчинності, внаслідок чого виникає менше центрів кристалізації і утворюються крупніші кристали.

Відокремлення осаду від маточного розчину

1. Відстоювання. Після осадження осад доцільно залишити стояти під шаром маточного розчину. Під час відстоювання відбувається повніше осадження. Але іноді при цьому забруднюється осад (відбувається процес післяосадження). Кристалічні осади залишають стояти з маточним розчином на 0,5—24 год. Для аморфних осадів відстоювання не обов'язкове.

2. Фільтрування. Осад відокремлюють від маточного розчину фільтруванням через беззолні фільтри.

3. Промивання. Щоб видалити домішки, осад часто промивають гарячою водою (якщо розчинність осаду менша за практично допустиму), а краще промивати розведеним розчином відповідного електроліту (усувається пептизація). При промиванні слід витрачати якнайменше промивної рідини.

4. Переосадження. Коли потрібно одержати осад дуже високої чистоти, застосовують переосадження. Для цього осад розчиняють у кислоті або отримують іншим способом і повторюють осадження.

Переведення осаду у вагову форму

Осад перед зважуванням переводять у сполуку певного складу — вагову форму. Склад вагової форми залежить від характеру осаду.

Важкорозчинні осади цілком певного складу іноді можна зважувати відразу після висушування, оскільки склад осаду збігається з хімічним складом вагової форми.

Якщо склад важкорозчинної сполуки не відповідає певній хімічній формулі, то вагова форма утворюється після прожарювання осаду.

1. Висушування осаду без нагрівання. Переведення деяких осадів у вагову форму зводиться до видалення води, що залишилась після промивання осаду. Для цього осад фільтрують під вакуумом через фільтруючий тигель, промивають спиртом, ефіром.

2. Висушування осаду при слабкому нагріванні. Воду видаляють із осаду висушуванням за температури 100—110 °С. При цьому, як і при висушуванні без нагрівання, маса висушеного осаду більша за масу речовини, яка утворюється при прожарюванні, і тому відносна помилка при зважуванні менша.

3. Прожарювання осадів. Прожарювання — найуніверсальніший спосіб утворення вагової форми. Осад прожарюють до сталої маси. Тигель з осадом прожарюють протягом 20—30 хв і після охолодження зважують, потім знову прожарюють 15—20 хв і зважують. Сталості маси досягнуто, якщо маса при повному зважу-

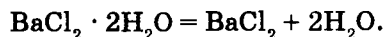
ванні змінилася не більше як на 0,0002—0,0003 г. Температура і час прожарювання залежать від складу і властивостей осаду.

Осади, хімічний склад яких збігається зі складом вагової форми, прожарюють за невисокої температури (300—600 °С). При високій температурі може відбутися термічне розкладання ($\text{BaSO}_4 \rightarrow \text{BaO} + \text{SO}_3$).

Коли склад вагової форми відрізняється від складу осаду, осад треба прожарювати за температури 1000—1100 °С. Це стосується насамперед гідроксидів феруму (III), алюмінію, магній-амоній-фосфату та інших елементів.

Визначення маси кристалізаційної води

Масу кристалізаційної води в кристалогідраті визначають за різницею мас взятої наважки до і після висушування. Кристалогідрат $[\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ втрачає кристалізаційну воду за температури 105 °С. При виконанні досліду наважку хлориду барію висушують за температури 105—125 °С. При цьому кристалогідрат повністю обезводнюється:



Хід визначення. Добре мийть бюкс і кладуть його в сушильну шафу із перевернутою набік кришкою. Після сушіння протягом 45—60 хв охолоджують в ексікаторі 15—20 хв. Потім, дотримуючись усіх правил, зважують бюкс на аналітичних терезах. Зробивши відповідні записи в лабораторному журналі, кладуть у бюкс близько 1,5 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, закривають кришкою і точно зважують на аналітичних терезах.

Знімають з бюкса кришку, кладуть її на ребро і ставлять бюкс із наважкою в сушильну шафу. Зачиняють дверцята шафи і стежать, щоб температура в ній не перевищувала 125 °С.

Через 1,5—2 год за допомогою тигельних щипців переносять бюкс із наважкою і кришкою в ексікатор. Через 20—25 хв виймають бюкс з ексікатора і зважують на аналітичних терезах. Записують масу бюкса з наважкою і знову на 40—45 хв ставлять його в сушильну шафу. Потім знову охолоджують і зважують. Якщо друге зважування дало результати, які відрізняються від першого не більше ніж на 0,0002 г, то можна вважати, що вся кристалізаційна

вода видалена. Записавши в лабораторний журнал останню масу бюкса з наважкою, приступають до обчислення.

Якщо ж друге зважування відрізняється від першого більше ніж на 0,0002 г, то наважку знову сушать і зважують доти, доки не буде досягнута постійна маса.

АЛГОРИТМ № 15

Визначення кристалізаційної води в кристалічному хлориді барію

1. Помийте добре бюкс.
2. Поставте бюкс у сушильну шафу з перевернутою набік кришкою.
3. Просушіть бюкс протягом 45—60 хв.
4. Охолодіть бюкс в ексікаторі 15—20 хв.
5. Зважте бюкс на аналітичних терезах.
6. Помістіть у бюкс приблизно 1,5 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Закрийте його кришкою і точно зважте на аналітичних терезах.
7. Зніміть з бюкса кришку, покладіть її на ребро і поставте бюкс із наважкою в сушильну шафу.
8. Зачиніть дверцята шафи і стежте, щоб температура її не перевищувала 125 °С.
9. Перенесіть бюкс із наважкою і кришкою в ексікатор через 1,5—2 год за допомогою тигельних щипців.
10. Вийміть бюкс із ексікатора через 20—25 хв, закрийте кришкою і зважте на аналітичних терезах.
11. Запишіть масу бюкса з наважкою і знову помістіть його в сушильну шафу на 40—45 хв.
12. Охолодіть бюкс в ексікаторі, а потім зважте на аналітичних терезах.
13. Досягніть постійної маси: якщо друге зважування дало результати відмінні від першого не більше ніж на 0,0002 г, то вважайте, що вся кристалізаційна вода видалена. Якщо ж друге зважування відрізняється від першого більше ніж на 0,0002 г, то знову сушіть і зважуйте доти, доки не буде різниці у зважуваннях до 0,0002 г.
14. Запишіть у лабораторний журнал масу бюкса з наважкою.
15. Обчисліть результати аналізу.

Форма запису

1. Взяття наважки:

- 10,5540 (маса бюкса з наважкою);
- 9,1525 (маса порожнього бюкса);
- 1,4015 г (наважка).

2. Зважування після висушування:

- I зважування — 10,3492 г;
 - II зважування — 10,3480 г;
 - III зважування — 10,3480 г.
- Маса бюкса з наважкою після висушування 10,3480 г.

3. Обчисліть результати аналізу.

- Маса кристалізаційної води:
10,5540 – 10,3480 = 0,2060 г.

Визначення вмісту кристалізаційної води:

$$\frac{0,2060 \cdot 100 \%}{1,4015} = 14,7 \%$$

Питання для самоконтролю

1. Види терезів.
2. Правила роботи з технічними терезами.
3. Правила роботи з аптечними терезами.
4. Правила роботи з аналітичними терезами.

ТЕХНІКА РОБОТИ З РІЗНИМИ ВИДАМИ ПІПЕТОК, БЮРЕТОК

Матеріальне забезпечення

Мірні колби об'ємом 50, 100, 200, 250, 500, 1000, 2000 см³; піпетки градуйовані на 1, 2, 5, 10, 25 см³; мікропіпетки на 0,1; 0,2 см³; мікробюретки на 1 і 2 см³; металевий штатив з кільцями.

Навчальна мета

Знати

1. Правила заповнення градуйованих піпеток, мікропіпеток, капілярних піпеток, бюреток, мікробюреток.
2. Правила заповнення забарвленими розчинами піпеток, бюреток.

Уміти

1. Заповнювати піпетки, бюретки досліджуваними розчинами.
2. Перевіряти чистоту мірних колб, піпеток, бюреток.

План проведення заняття

1. Техніка роботи з піпетками.
2. Техніка роботи з бюретками.

Теоретичні відомості

Калібрування вимірювального посуду

Місткість вимірювальних посудин не завжди точно відповідає напису біля відповідної позначки. Тому необхідно перевірити їхню справжню місткість. Таку перевірку називають калібруванням.

Як відомо, за одиницю маси об'єму прийнято справжній літр, тобто об'єм, який займає 1 кг чистої води за температури 4 °С, зваженої в безповітряному просторі. Під час перевірки вимірювального посуду зважують воду за температури 20 °С і на повітрі. Тому після зважування мають бути внесені відповідні поправки: на зміну густини води і місткості самого вимірювального посуду із зміною температури та на втрату маси тіла в повітрі. Природно, що такі розрахунки потребують часу і це пов'язано з певними труднощами. Тому під час калібрування мірного посуду користуються таблицями, в яких указано, скільки дистильованої води певної температури треба відважити в повітрі за нормального атмосферного тиску (760 мм), щоб ця вода зайняла об'єм, що його займає 1 л води за температури 20 °С.

Якщо барометричний тиск нижчий від нормального, то на кожний міліметр різниці додають поправку. Якщо барометричний тиск вищий за нормальний, то поправку слід відняти.

Перевірка місткості мірної колби

Абсолютно чисту суху колбу зважують разом з пробкою на технічних терезах з максимальним навантаженням масою 2 кг і чутливістю 0,01 г. Наповнивши колбу до позначки дистильованою водою, обтирають внутрішню частину її шийки (вище від позначки) фільтрувальним папером, а потім її закривають пробкою, старанно витирають ззовні і знову зважують. Різниця в масі відповідає масі води в даному об'ємі колби. Це визначення повторюють три рази. Для визначення об'єму колби одержану середню масу води ділять на масу 1 мл води за даної температури.

Припустимо, що за температури 22 °С маса води в мірній колбі місткістю 200 мл дорівнює 200,10 г. З таблиці видно, що 1 мл води за даної температури дорівнює 0,996802 г. Отже, об'єм колби дорівнює:

$$\frac{200,10}{0,996802} = 200,73 \text{ мл.}$$

Для перевірки об'ємів великих мірних колб (наприклад, місткістю 1 л) Л. А. Міндальов рекомендує такий спосіб. Наважку (p) до 100 г якої-небудь речовини, що не містить кристалізаційної води (KNO_3 , NaCl та ін.), зважують на аналітичних терезах і старанно переносять через лійку в перевірювану мірну колбу (V_x). Речовину розчиняють, розбавляють водою до позначки і добре перемішують. Потім 50—100 мл одержаного розчину переносять точною піпеткою у задалегідь зважений бюкс або фаянсову чашку і випарюють на водяній бані досуха. Тоді залишок речовини висушують у сушильній шафі до сталої маси і зважують на аналітичних терезах.

Позначаючи через p масу речовини в об'ємі V розчину, розраховують об'єм перевірюваної колби за рівнянням:

$$V_x = \frac{pV}{p}$$

Точність перевірки залежить насамперед від точності вимірювання об'єму V і від точності зважування p . Оскільки звичайна точність вимірювання піпеток становить близько 0,02 мл, то треба брати піпетку не меншу як 100 мл. Піпетка має бути максимально чистою, рідину з неї слід випускати одним і тим самим способом і протягом одного й того самого часу.

Перевірка місткості піпетки

На аналітичних терезах зважують порожню скляночку з притертою пробкою, місткість якої приблизно в три рази більша, ніж місткість каліброваної піпетки. Дистильовану воду, за допомогою якої проводиться перевірка, тримають не менше однієї години у ваговій кімнаті, щоб вода набрала температури повітря вагової кімнати. Піпетку наповнюють до позначки водою і старанно вили-

вають її у зважену скляночку. Скляночку закривають кришкою і зважують. Не виливаючи води із скляночки, спускають в неї знову повну піпетку води і знову зважують. Так само роблять і втретє. Середня маса з трьох наважок відповідатиме масі води в даному об'ємі піпетки.

Щоб визначити об'єм піпетки, одержану масу води ділять на масу 1 мл води за даної температури.

Калібрування бюреток

Бюретки перевіряють, зважуючи об'єми води, випущеної з бюретки від нуля до різних поділок, наприклад від 0 до 10 мл, потім від 0 до 15 мл, від 0 до 20 мл і т. д. Поділивши кожний з одержаних результатів зважування на масу 1 мл води за даної температури, за таблицею визначають місткість відповідної частини бюретки в мілілітрах. На підставі одержаних результатів вносять поправки для окремих частин бюретки.

Аналогічним способом перевіряють місткість градуйованих піпеток.

АЛГОРИТМ № 16

Техніка роботи з піпетками

1. Вийміть піпетку хромовою сумішшю (див. алгоритм № 3).
2. Витріть піпетку зовні кусочком фільтрувального паперу.
3. Видуйте гумовою грушею краплю води, що залишилася в кінчику.
4. Сполосніть декілька разів піпетку невеликою кількістю розчину: для цього втягніть у піпетку небагато розчину, вийміть піпетку з розчину і, тримаючи горизонтально, повертайте й нахилийте її то в один, то в інший бік так, щоб розчин промив усі внутрішні стінки.
5. Вилийте розчин з піпетки в раковину.
6. Випустивши з гумової груші повітря, приєднайте її до верхнього кінця піпетки.
7. Наповніть піпетку рідиною так, щоб її рівень піднявся вище від позначки.
8. Зніміть гумову грушу з верхнього кінця піпетки.

9. Закрийте швидко вказівним пальцем отвір піпетки, не даючи витекти рідині.

10. Вийміть нижній кінець піпетки з рідини і витріть зовні шматочком фільтрувального паперу.

11. Тримайте піпетку строго вертикально, підніміть її так, щоб позначка була на рівні очей.

12. Послабте натиск пальця на верхній отвір піпетки, щоб рідина повільно витікала.

13. Закрийте пальцем верхній отвір, коли нижня частина меніска рідини торкнеться позначки.

14. Вилийте рідину з піпетки в посудину (2 способи):

а) торкніться нижнім кінцем піпетки до стінки посудини, в яку треба вилити рідину, і підніміть палець, давши рідині вільно витекти з піпетки. Коли вільне витікання рідини припиниться, кінцем піпетки торкайте до стінки посудини протягом 15 с, злегка повертаючи її, потім вийміть піпетку. Не видуйте той стовпчик рідини, який залишиться в кінчику піпетки;

б) тримайте піпетку близько до стінки посудини, дайте рідині вільно витекти з піпетки. Торкніться кінчиком піпетки до стінки посудини, затисніть верхній отвір вказівним пальцем, а лівою рукою тримайте розширену частину піпетки. Від тепла руки повітря всередині піпетки нагрівається і розширюється, а залишок рідини в кінчику піпетки витікає.

Дотримуйтесь одного й того самого способу виливання рідини під час роботи з піпеткою!

15. Не кладіть піпетку на стіл під час роботи.

16. Промийте піпетку проточною водою після закінчення роботи.

17. Сполосніть піпетку дистильованою водою і помістіть її в спеціальний штатив або ящик лабораторного стола.

АЛГОРИТМ № 17

Техніка роботи з бюретками

1. Помийте акуратно бюретку хромовою сумішшю (див. алгоритм № 3).

2. Сполосніть 3—4 рази дистильованою водою і 3 рази невеликими порціями розчину, яким вона заповнюється.
3. Закріпіть бюретку в металевому штативі лапками у строго вертикальному положенні.
4. Вкладіть у бюретку маленьку лійку.
5. Заповніть бюретку розчином дещо вище від верхньої позначки.
6. Відкрийте кран або затискач так, щоб кінчик бюретки заповнився розчином і з неї вийшли всі бульбашки повітря.
7. Витісніть з кінчика бюретки повітря. Для цього зігніть каучукову трубку, підніміть догори кінчик бюретки і відкрийте затискач. Бульбашка швидко підніметься вгору і вийде. Якщо в бюретці є кран, то різко його відкрийте і пустіть великий струмінь розчину за допомогою гумової груші.
8. Вийміть з бюретки маленьку лійку.
9. Помістіть лист білого паперу за бюретку (на його фоні краще видно поділки). Око спостерігача повинно бути на рівні меніска рідини.
10. Доведіть рівень рідини в бюретці до нульової точки.
11. Проводьте відлік під час робот із незабарвленими розчинами по нижньому краю меніска, а із забарвленими розчинами — по верхньому краю меніска.
12. Проводьте кожне титрування, заповнивши бюретку розчином і довівши рівень рідини до нульової точки.
13. Визначте і запишіть об'єм розчину, витраченого на титрування, враховуючи ціну поділки.
14. Вилийте розчин з бюретки (але не в склянку з титрувальним розчином).
15. Помийте ретельно бюретку проточною водою і сполосніть дистильованою водою після закінчення роботи.
16. Заповніть бюретку доверху дистильованою водою.
17. Закрийте зверху бюретку перевернутою маленькою склянкою або пробіркою.
18. У випадку, коли з бюреткою довго не будете працювати, ретельно помийте її під краном, поставте в штатив перевернутою або покладіть у ящик з фільтрувальним папером.

Питання для самоконтролю

1. Правила заповнення піпеток, мікропіпеток безбарвними розчинами.
2. Правила заповнення забарвленими розчинами піпеток, бюреток.
3. Способи виливання рідини з піпеток.
4. Виливання рідини з бюреток.
5. Як витіснити повітря з бюреток?
6. Що таке калібрування?
7. Як проводять калібрування бюреток?
8. Як перевіряють місткість мірної колби?
9. Як перевіряють місткість піпетки?

ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ РОЗЧИНІВ

Матеріальне забезпечення

Ареометр, спиртомір, спиртометр, цукрометр, лактометр, урометр, пікнометр, волюмометр, пікнометр-волюмометр, денсиметр.

Навчальна мета

Знати

1. Прилади для визначення густини різних розчинів.
2. Залежність густини розчину від температури.

Уміти

1. Користуватися ареометром, спиртометром, стертоміром, цукрометром, лактометром, урометром, денсиметром, пікнометром, волюмометром, пікнометр-волюмометром.
2. Визначати густину різних розчинів.

План проведення заняття

1. Вивчення будови приладів для визначення густини різних рідин: ареометрів, лактометрів, спиртометрів, спиртомірів, урометрів, пікнометрів, волюмометрів, пікнометр-волюмометрів, денсиметрів, цукрометрів.
2. Визначення густини деяких розчинів.

Теоретичні відомості

Визначення густини розчинів

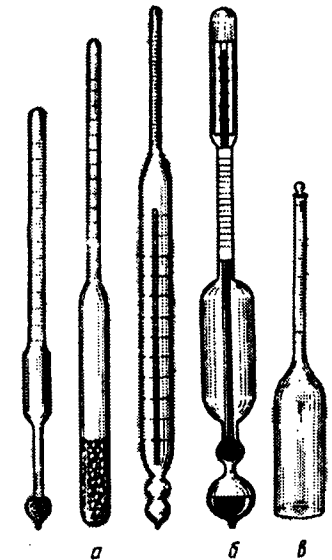
Густина речовини є однією з основних фізичних величин, яка характеризує її властивості. Густина — це кількість маси в одиниці об'єму. У повсякденній практиці звичайно користуються відносною густиною, тобто відношенням густини даної речовини до густини дистильованої води за температури $4\text{ }^{\circ}\text{C}$. Густина розчину збільшується із збільшенням концентрації розчиненої речовини.

Густина залежить від температури: при зниженні температури відносна густина збільшується, а при підвищенні зменшується, тому необхідно завжди відзначати і записувати температуру, за якої проводилось вимірювання. Стандартною температурою, за якої рекомендують визначати відносну густину, є $20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Визначати відносну густину рідин можна за допомогою різних приладів: ареометрів, спиртометрів, цукрометрів, лактометрів, урометрів, пікнометрів (мал. 18).

Ареометри — це скляні трубки з розширенням донизу у вигляді кулі, заповненої сипучою або спеціальною масою (іноді ртуттю). У вузькій верхній частині ареометра є шкала з поділками. Найменше значення густини нанесене на шкалі вгорі, а найбільше — внизу, оскільки глибина занурення ареометра залежить від густини рідини.

Існують спеціальні набори ареометрів, які призначені для рідин з відносною густиною меншою від одиниці і більшою за одиницю. У проміжках між цифрами є дрібніші поділки, які дають змогу обчислити відносну густину з точністю до третього десяткового значення.



Мал. 18. Прилади для визначення густини різних рідин:

a — ареометри; *b* — лактометр; *v* — пікнометр

Такі набори ареометрів дуже зручні, тому що є можливість визначати відносну густину в широких інтервалах. Зручні для роботи ареометри з вмонтованими в них термометрами, оскільки одночасно з визначенням густини можна вимірювати і її температуру.

Для визначення відносної густини досліджувану рідину наливають у скляний циліндр без носика і бажано без поділок місткістю 250—500 мл. Розмір циліндра повинен збігатися з розміром ареометра. Рідину не можна наливати в циліндр до країв, щоб вона не переливалась під час занурювання ареометра. Занурювати ареометр у досліджувану рідину слід обережно, не торкаючись стінок циліндра. Ареометр не випускають із рук доти, доки не стане очевидним, що він плаває. При визначенні відносної густини ареометр має знаходитись у центрі циліндра і не повинен торкатися дна. Відлік ареометра беруть по верхньому меніску рідини. Після закінчення роботи ареометр промивають у воді і, витерши його насухо, закривають у спеціальний футляр або ящик.

Для визначення вмісту етилового спирту в розчині використовують *спиртометри*, які показують вміст етилового спирту в градусах, *та спиртометри*, які показують вміст етилового спирту в об'ємних відсотках. Відносну густину біологічних рідин визначають за допомогою *урометрів*. Для визначення густини молока використовують *лактометри*. Густину розчинів кислотних і лужних електrolітів для акумуляторів вимірюють *денсиметрами*.

Для визначення відносної густини деяких легкокорухомих рідин з точністю до четвертого знака зручно користуватись *пікнометрами*. Для цього пікнометр добре промивають, обезжирюють і висушують, потім зважують на аналітичних терезах, заповнюють його дистильованою водою і зважують з точністю до 0,0001 г. Після цього воду виливають і заповнюють пікнометр досліджуваною рідиною. Після 15-хвилинного відстоювання приладу в термостаті його повторно зважують на аналітичних терезах. По закінченні роботи пікнометри добре мийуть.

Пікнометри використовують тільки для визначення відносної густини рідини. Густину рідини з невеликою в'язкістю і дуже в'язких рідин зручніше визначати ареометрами, за допомогою спеціальних гідростатичних терезів Мора або гідростатичних пікнометрів. Відносну густину порошкоподібних твердих тіл визнача-

ють спеціальними *пікнометрами-волюмометрами*. Для цього досліджуваний матеріал подрібнюють до порошку, беруть точну його наважку на аналітичних терезах і переносять її у волюмометр, у який попередньо наливають рідину до нижньої нульової поділки. У волюмометр наливають солярку, бензин або іншу органічну рідину, яка змочує досліджувану речовину, але не розчиняє її. Після 20-хвилинного відстоювання приладу в термостаті відмічають рівень рідини у волюмометрі. За різницею рівнів рідини до і після добавлення речовини визначають об'єм взятої наважки. Густина твердої речовини дорівнює відношенню маси взятої наважки до знайденого об'єму.

АЛГОРИТМ № 18

Визначення густини

1. Налийте досліджувану рідину в скляний циліндр без носика місткістю 250—500 мл (розмір циліндра повинен відповідати розміру ареометра).
2. Не наливайте рідину в циліндр до країв.
3. Помістіть ареометр обережно в досліджувану рідину, не торкаючись стінок циліндра.
4. Не випускайте з рук ареометра доти, поки він не почне плавати.
5. При визначенні густини ареометр має бути в центрі циліндра і не торкатися дна.
6. Беріть відлік на шкалі поділок по верхньому меніску рідини.
7. Запишіть показання ареометра в лабораторний журнал.
8. Вийміть ареометр з досліджуваного розчину, промийте його і витріть насухо.
9. Покладіть ареометр у спеціальний ящик чи футляр.

Питання для самоконтролю

1. Від чого залежить густина розчину?
2. Як визначити густину розчину?
3. Які прилади застосовують для визначення густини речовин?

ТЕХНІКА ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ СОЛЕЙ, КИСЛОТ, ЛУГІВ ТОЧНОЇ ТА ПРИБЛИЗНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЙ

Матеріальне забезпечення

Піпетки, бюретки, конічні колби, стандарт-титри (фіксанали), технічні терези, різноважки, аналітичні терези.

Навчальна мета

Знати

1. Способи визначення концентрацій точних розчинів.
2. Способи титрування.

Уміти

1. Розраховувати і готувати молярні розчини та молярні розчини еквівалентів солей, кислот, лугів.
2. Готувати розчини за точно взятою наважкою.
3. Готувати розчини за приблизно взятою наважкою.
4. Готувати точний розчин кислоти із концентрованого.

План проведення заняття

1. Обчислення для приготування молярних розчинів.
2. Обчислення для приготування молярних розчинів еквівалентів:

- а) кислот;
 - б) основ;
 - в) солей.
3. Техніка приготування розчинів.
 - а) за точно взятою наважкою;

б) з фіксаналів;

в) за приблизно взятою наважкою;

г) приготування точного розчину кислоти із концентрованого.

Теоретичні відомості

Дисперсні системи. Розчини

Системи, в яких одна речовина рівномірно роздібнена до частинок мікроскопічних розмірів у іншій, називають *дисперсними*.

Дисперсні системи складаються із дисперсної фази та дисперсійного середовища. Прикладами дисперсних систем є дим, туман тощо. У димі дисперсною фазою є частинки сажі, в тумані — частинки води. Дисперсійним середовищем в обох випадках є повітря.

Залежно від агрегатного стану дисперсної фази дисперсні системи поділяють на грубодисперсні, колоїдні системи та справжні розчини.

Грубодисперсні системи характеризуються розміром частинок більше ніж 100 нм. Їх поділяють на суспензії та емульсії.

Суспензії — це дисперсні системи, в яких дисперсною фазою є тверда речовина, а дисперсійним середовищем — рідина, при цьому тверда речовина та рідина нерозчинні одна в одній (порошок крейди у воді). В *емульсіях* дисперсною фазою та дисперсійним середовищем є рідина. Прикладом емульсії є молоко, в якому дрібні кульки масла плавають у рідині. Суспензії та емульсії являють собою гетерогенні системи. Стійкість суспензій та емульсій залежить від розміру частинок: чим дрібніші частинки, тим довше вони існують.

Колоїдні системи характеризуються розміром частинок дисперсної фази від 1 до 100 нм. Колоїдні частинки складаються з великої кількості молекул або йонів. Вони є високодисперсними (ультрамикрогетерогенними) системами, які агрегативно нестійкі. Без спеціальної стабілізації колоїдні частинки об'єднуються й осідають. Прикладами колоїдних систем є розчини желатину, клею, деяке кольорове скло. Більшість основ існують у вигляді колоїдних систем. У процесі утворення справжніх розчинів розчинена в них речовина розкладається на молекули або йони. Розчинена ре-

човина та розчинник утворюють одну рідку фазу, не розділену на дисперсну фазу та дисперсійне середовище.

Розчинами називають однорідні (гомогенні) системи, які складаються з двох або більше компонентів, відносна кількість яких може змінюватися в широких межах без порушення однорідності.

Компонентами розчину називають розчинник та розчинені в ньому речовини.

Розчинник — це середовище, в якому розчинені речовини рівномірно розподілені у вигляді молекул або йонів.

Розчинником прийнято вважати компонент, агрегатний стан якого не змінюється при утворенні розчину або вміст якого переважає вміст інших компонентів. Поняття *розчинник* і *розчинена речовина* умовні. Наприклад, при змішуванні чистої води та твердої речовини солі одержують рідкий розчин. У даному випадку розчинником є вода. Якщо обидва компоненти до розчинення перебували в одному агрегатному стані, то розчинником вважається компонент, взятий у більшій кількості, а якщо їхні об'єми однакові, то байдуже, який із компонентів називати розчинником, а який розчиною речовиною.

Розчини класифікують за рядом ознак:

— залежно від природи розчинника розчини поділяють на водні та неводні (спиртові, бензолні тощо);

— залежно від концентрації йонів гідрогену розчини можуть бути кислими, нейтральними та лужними;

— залежно від агрегатного стану розчинника та розчиненої речовини розчини поділяють на газоподібні, рідкі та тверді.

Прикладом газоподібних розчинів є повітря. Воно складається з азоту, кисню, оксиду карбону (IV), водяної пари та благородних газів. Молекули цих речовин, незалежно від їхнього походження, поведуть себе як молекули газу, тобто повітря є гомогенною системою.

До твердих розчинів належить більшість металевих сплавів. Сталь, наприклад, є кристалічним розчином карбону в залізі.

Найбільше поширені і вивчені рідкі водні розчини. Це пояснюється тим, що більшість хімічних реакцій відбуваються у водних розчинах, оскільки лише в них є сприятливі умови для пересування та тісного зближення частинок, які необхідні для вияв-

лення хімічних сил. Велику роль відіграють розчини у життєдіяльності живих організмів. Процеси засвоєння поживних речовин людиною, твариною та рослиною пов'язані з переходом харчових речовин у розчин. Розчинами є важливі фізіологічні рідини — кров, лімфа тощо. Важливе значення мають розчини у фармацевтичній практиці. Це найбільша група серед лікарських форм. Розчини мають ряд переваг: швидше всмоктуються організмом людини, (отже, швидше досягається лікувальний ефект) виключається подразнення слизової оболонки, зручні для вживання. Технологія приготування та дозування розчинів відзначається простотою.

Рідкі розчини можна одержати розчиненням газу в рідині (наприклад, газувана вода є розчином оксиду карбону (IV) у воді), рідини в рідині (розчин спирту у воді), твердої речовини в рідині (розчин солі у воді) тощо.

Основні параметри стану розчину — це температура, тиск та концентрація.

Залежно від концентрації розчиненої речовини розчини поділяють на розведені та концентровані.

Розведений розчин містить зовсім малу масу розчиненої речовини порівняно з масою розчинника. Наприклад, у 100 г води розчинено 5 г хлороводню. Розчин, який містить 36,5 г хлороводню в 100 г води, вважають *концентрованим*. Межі між розведеними та концентрованими розчинами умовні. Наприклад, для сульфатної кислоти концентрованим вважається розчин, який містить 96 г H_2SO_4 , для нітратної — 63 г HNO_3 , для хлоридної — 37 г HCl у 100 г води.

Найважливішою кількісною характеристикою будь-якого розчину є *концентрація*, яка вказує на масу або кількість розчиненої речовини, що міститься в одиниці маси або об'єму розчину або розчинника. Існують різноманітні способи вираження концентрації розчинів.

Масова частка — це маса розчиненої речовини в 100 г розчину. Наприклад, розчин з масовою часткою хлориду кальцію 5 % містить 5 г хлориду кальцію в 100 г розчину. Оскільки маса розчину дорівнює сумі мас розчинника та розчиненої речовини, то в наведеному прикладі кожні 100 г розчину містять 5 г хлориду кальцію та 95 г води. Масову частку розчину позначають літерою ω і

виражають у частках одиниці або у відсотках. На практиці найчастіше застосовують відсотки.

Зв'язок між масовою часткою ω , масою розчиненої речовини m_1 , та масою розчину m_2 виражають формулою

$$\omega = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100\%.$$

Вираз концентрації розчину за допомогою масової частки широко застосовується у фармацевтичній практиці. Масова частка належить до технічних концентрацій. Так на виробництві сульфатну, нітратну та хлоридну кислоти одержують у вигляді концентрованих розчинів з масовими частками 96,63 (65) та 37 % відповідно. Ці розчини також характеризуються густиною (ρ , г/мл).

Мольну частку визначають відношенням кількості розчиненої речовини або розчинника до суми кількостей усіх компонентів розчину. Мольну частку позначають N_1 для розчинника, $N_2, N_3, N_4 \dots$ для розчинених речовин. Для розчину, який складається з компонентів А, В, В:

$$N_A = \frac{n_A}{n_A + n_B + n_B}; N_B = \frac{n_B}{n_A + n_B + n_B}; N_B = \frac{n_B}{n_A + n_B + n_B},$$

де n_A, n_B, n_B — кількість кожного компонента в даному розчині.

Сума мольних часток компонентів розчину дорівнює одиниці:

$$N_A + N_B + N_B = 1.$$

Молярну концентрацію розчину (C_M) визначають кількістю розчиненої речовини, яка міститься в 1 л розчину. Одиниці виміру — моль/л:

$$C_M = \frac{m}{MV}.$$

$$\text{Оскільки } \frac{m}{M} = n, \text{ тоді } C_M = \frac{n}{V},$$

де m і M — маса та молярна маса розчиненої речовини; V — об'єм розчину, л; n — кількість розчиненої речовини.

Співвідношення $C_M = \frac{n}{V}$ показує, що молярна концентрація є відношенням кількості розчиненої речовини до об'єму розчину.

Молярну концентрацію позначають:

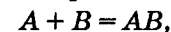
1 М — одномолярний розчин ($C_M = 1$ моль/л);

0,1 М — децимолярний розчин ($C_M = 0,1$ моль/л);

0,01 М — сантимольярний розчин ($C_M = 0,01$ моль/л);

0,001 М — мілімолярний розчин ($C_M = 0,001$ моль/л).

Молярну концентрацію розчину використовують під час вивчення швидкості та механізму перебігу хімічних реакцій, при визначенні теплових ефектів реакцій, обчисленні констант дисоціації та гідролізу. Вони зручні тим, що значною мірою спрощують обчислення. При однаковій молярній концентрації рівні об'єми розчинів містять однакові кількості розчинених речовин. Для реакції



де 1 моль речовини А реагує з 1 молем речовини В, необхідно взяти рівні об'єми розчинів цих речовин з однаковою молярною концентрацією. Якщо взаємодіє 1 моль речовини А з 2 молями речовини В, то об'єм розчину В необхідно взяти вдвічі більший, ніж об'єм розчину А, тощо.

Молярна концентрація (C_M або m) показує, яка кількість розчиненої речовини припадає на 1 кг розчинника в даному розчині. Одиниці виміру — моль/кг. Так, 1 m розчину NaOH означає, що в 1 кг води даного розчину міститься 1 моль гідроксиду натрію, тобто 40 г.

Молярна концентрація еквівалента (еквівалентна або нормальна концентрація) C_H показує кількість моль-еквівалентів розчиненої речовини, яка міститься в 1 л розчину:

$$C_H = \frac{m}{E_m V}. \text{ Оскільки } \frac{m}{E_m} = n, \text{ тоді } C_H = \frac{n}{V},$$

де E_m — еквівалентна маса розчиненої речовини.

Із співвідношення $C_H = \frac{n}{V}$ випливає, що молярна концентрація еквівалента визначається відношенням числа моль-еквівалентів розчиненої речовини до об'єму розчину. Наприклад, 1н. розчин сульфатної кислоти містить 1 моль-еквівалент H_2SO_4 , або 49 г в 1 л розчину; 0,01н. — 0,01 моль-еквівалент, або 0,49 г H_2SO_4 в 1 л розчину. Особливістю розчинів з молярною концентрацією еквівалентів є те, що розчини з однаковою концентрацією реагують між собою в рівних об'ємах, оскільки містять рівні кількості моль-еквівалентів. Якщо розчини мають різні концентрації, то, відповідно до закону еквівалентів, їхні об'єми обчислюють із співвідношення

$$C_{H_1} V_1 = C_{H_2} V_2, \text{ або } \frac{C_{H_1}}{C_{H_2}} = \frac{V_2}{V_1},$$

де V_1 і V_2 — об'єми розчинів реагуючих речовин; C_{H_1} і C_{H_2} — молярні концентрації еквівалентів цих розчинів.

Таким чином, *об'єми розчинів реагуючих речовин обернено пропорційні до їх молярних концентрацій еквівалентів*. Ці властивості розчинів використовують не лише для обчислення об'ємів, а й навпаки — за об'ємами розчинів, які витрачені на реакцію, визначають їхні концентрації.

Титр розчину (Т) показує, скільки грамів або міліграмів розчиненої речовини міститься в 1 мл розчину. Одиниці виміру — г/мл або мг/мл:

$$T = \frac{m}{V}.$$

Так, якщо в 1 л розчину міститься 40 г гідроксиду натрію, то титр цього розчину дорівнює:

$$T = \frac{40}{1000} = 0,0400 \text{ г/мл.}$$

Між титром та молярною концентрацією еквівалента існує залежність:

$$T = \frac{C_n E_m}{1000}.$$

АЛГОРИТМ № 19

Техніка приготування розчинів за точно взятою наважкою

1. Вимийте мірну колбу хромовою сумішшю (див. алгоритм № 3).
2. Сполосніть багаторазово мірну колбу водою з-під крана.
3. Сполосніть мірну колбу 3—4 рази дистильованою водою.
4. Зважте на аналітичних терезах на годинниковому склі або в бюксі розраховану наважку речовини, яку треба розчинити.
5. Акуратно висипте зважену речовину в мірну колбу через суху лійку.
6. Змийте залишки (з годинникового скла чи з бюкса) промивалкою в лійку дистильованою водою.

7. Обмийте внутрішні стінки лійки і зовнішню частину трубки, трохи її піднявши.

8. Стежте за тим, щоб загальна кількість води для змивання з годинникового скла чи бюкса займала не більше половини колби.

9. Закрийте колбу пробкою.

10. Перемішуйте вміст обережними обертальними рухами (*не перевертаючи колбу!*) до повного розчинення наважки.

11. Доведіть вміст колби дистильованою водою до позначки: налейте з промивалки воду приблизно на 1 см нижче від позначки, покладіть колбу так, щоб позначка була на рівні очей, обережно по краплинах додавайте воду доти, поки нижня частина меніска не торкнеться позначки на шийці колби.

12. Закрийте добре колбу пробкою і перемішайте 12—15 разів.

АЛГОРИТМ № 20

Техніка приготування розчинів кислот, лугів і солей з фіксаналу

1. Вкладіть лійку в чисто помиту мірну колбу (якщо в ампулі суха речовина, то лійка теж повинна бути сухою).

2. Вкладіть у лійку спеціальний скляний бойок, сполосніть дистильованою водою.

3. Протріть ампулу спиртом, для того щоб зняти напис, і обмийте її дистильованою водою.

4. Розмістіть ампулу в лійці так, щоб вона тонким увігнутих усередину дном торкалася бойка.

5. Пробийте скляною паличкою із загостреним кінцем збоку отвір в ампулі, де є заглибина. Вміст ампули потрапляє через лійку в колбу.

6. Обмийте з промивалки стінки ампули дистильованою водою через цей отвір (багаторазово, маленькими порціями).

7. Сполосніть стінки ампули зовні і викиньте її.

8. Сполосніть лійку і бойок.

9. Підніміть лійку і обмийте зовнішню частину трубки.

10. Обмийте верхню частину шийки мірної колби.

11. Стежте за тим, щоб кількість води в мірній колбі до кінця цих операцій не перевищувала $\frac{2}{3}$ об'єму колби.

12. Перемішайте обережно обертальними рухами вміст колби.

13. Доведіть вміст колби дистильованою водою до позначки: налийте з промивалки воду приблизно на 1 см нижче від позначки, покладіть колбу так, щоб позначка була на рівні очей, обережно по краплинах додавайте воду доти, поки нижня частина меніска не торкнеться позначки на шийці колби.

14. Закрийте добре колбу пробкою і її вміст перемішайте 12—15 разів.

АЛГОРИТМ № 21

Техніка приготування розчинів за приблизно взятою наважкою

1. Зважте на технохімічних терезах речовину з точністю до сотих (для приготування розчину лугу речовини відважте дещо більше, ніж розрахована кількість).

2. Розчиніть наважку (в мірній колбі, плоскодонній колбі).

3. Відміряйте воду мірним циліндром.

4. Установіть точну концентрацію приготовленого розчину титруванням (див. алгоритм № 27).

АЛГОРИТМ № 22

Техніка приготування точного розчину кислоти,
з концентрованого

1. Виміряйте ареометром густину концентрованої кислоти.

2. Визначте за таблицею її концентрацію.

3. Зробіть розрахунок.

4. Сполосніть суху бюретку із скляним краном 2 рази концентрованою кислотою і заповніть її (див. алгоритм № 17).

5. Налийте в мірну колбу близько половини об'єму дистильованої води.

6. Випустіть з бюретки концентровану кислоту з точністю до сотих часток мілілітра в мірну колбу.

7. Перемішайте розчин.

8. Охолодіть розчин.

9. Доведіть вміст колби до позначки (див. п. 13 і 14 алгоритму № 20).

Приготування розчинів із заданою масовою часткою

Приготуйте розчин, який містить 10 г хлориду натрію та 100 г води. На технічних терезах зважте на годинниковому склі 10 г хлориду натрію. Відміряйте циліндром 100 мл води. Перенесіть сіль у склянку місткістю 200—250 мл, залишки вмісту годинникового скла змийте водою із циліндра і влийте в склянку воду, яка залишилась. Розмішайте розчин скляною паличкою і вилийте його в мірний циліндр місткістю 100 мл до його об'єму. Визначте густину розчину ареометром. Обчисліть масову частку хлориду натрію в приготовленому розчині і порівняйте її з даними довідкової таблиці. Обчисліть відносну похибку досліду. Обчисліть молярну, моляльну концентрації та титр приготовленого розчину.

Питання для самоконтролю

1. Що таке розчин?

2. Як поділяють розчини за агрегатним станом?

3. Що таке розчинник, розчинювана речовина?

4. Який процес називається розчиненням? Поясніть суть процесу розчинення.

5. Який розчин називається насиченим? Ненасиченим?

6. Які речовини вважають добре розчинними, малорозчинними, практично нерозчинними?

7. Як впливають температура і тиск на розчинність твердих, рідких та газоподібних речовин?

8. Яке значення мають розчини в житті людей?

9. Які ви знаєте способи вираження складу розчинів?

10. Дайте визначення еквівалента та еквівалентної маси речовини.

11. Що таке титр?

12. Обчисліть еквівалентні маси речовин, формули яких такі: H_3PO_4 , $\text{Ba}(\text{OH})_2$, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, KNO_3 , NaCl , $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_7$.

13. Яку кількість концентрованої сульфатної кислоти ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$; 96 %) необхідно взяти для виготовлення 2 л 0,5 н. розчину?

БУФЕРНІ РОЗЧИНИ

Матеріальне забезпечення

Буферні розчини: фосфатний, ацетатний, аміачний.

Навчальна мета

Знати

1. Класифікацію буферних систем.
2. Роль буферних розчинів у людському організмі.

Уміти

1. Визначати рН буферних розчинів.

План проведення заняття

1. Класифікація кислотно-основних буферних систем.
2. Визначення рН буферних розчинів.
3. Значення буферних систем.

Теоретичні відомості

Буферні розчини

У хімії, біології, медицині, промисловому виробництві ті чи інші процеси дуже часто відбуваються при постійних значеннях рН, а під час реакцій йони гідрогену можуть вбиратися або виділятися. Щоб процес відбувався при сталому значенні рН, у розчин

Буферні розчини

уводять буферні суміші, які вбирають йони гідрогену або гідроксид-йони, і значення рН розчину практично не змінюється.

Буферними розчинами називають розчини суміші слабкої кислоти (або слабкої основи) та її солі, наприклад суміш ($\text{CH}_3\text{COOH} + \text{CH}_3\text{COONa}$), суміш гідроксиду амонію і хлориду амонію ($\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$).

Класифікація кислотно-основних буферних систем

Буферні системи можуть бути чотирьох типів.

1. Слабка кислота та її аніон. Наприклад, ацетатна буферна система $\text{CH}_3\text{COO}^-/\text{CH}_3\text{COOH}$ у розчині CH_3COONa і CH_3COOH , діапазон дії — рН 3,8 — 5,8. Гідрогенкарбонатна система $\text{HCO}_3^-/\text{H}_2\text{CO}_3$ у розчині NaHCO_3 і H_2CO_3 , діапазон дії — рН 5,4 — 7,4.

2. Слабка основа і її катіон. (B/BH^+). Наприклад, аміачна буферна система $\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$ у розчині NH_3 і NH_4Cl , діапазон її дії — рН 8,2 — 10,2.

3. Аніони кислоти і середньої солі або кислих солей. Наприклад, фосфатна буферна система $\text{HPO}_4^{2-}/\text{H}_2\text{PO}_4^-$ у розчині Na_2HPO_4 і NaH_2PO_4 , діапазон їх дії рН — 6,2 — 8,2.

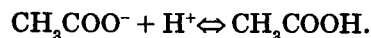
4. Йони і молекули амфолітів. До них належать амінокислоти і білкові буферні системи. Якщо амінокислоти і білки перебувають в ізоелектричному стані (сумарний заряд молекул рівний нулю), то розчини цих сполук не є буферними. Вони проявляють буферну дію, коли до них додавати деяку кількість кислоти або луку. Тоді частина білка (амінокислоти) переходить із ізоелектронного стану в форму білок—амінокислота або відповідає формулі білок—основа. При цьому виникає система двох форм білка: а) слабка білок—кислота + сіль цієї слабкої кислоти; б) слабка білок—основа + сіль цієї слабкої основи.

Механізм буферної дії можна розглянути на прикладі ацетатної буферної системи $\text{CH}_3\text{COO}^-/\text{CH}_3\text{COOH}$, в основі дії якої лежить кислотно-основна рівновага:



Основне джерело ацетат-йонів — сильний електроліт ацетат CH_3COONa — при додаванні сильної кислоти поєднана основа

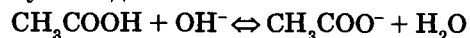
CH_3COO^- зв'язує додаткові йони H^+ , перетворюючись на слабку оцтову кислоту:



Кисотно-основна рівновага зміщується ліворуч за принципом Ле Шательє.

Зменшення концентрації аніонів CH_3COO^- точно зрівноважується підвищенням концентрації молекул CH_3COOH . У результаті відбувається невелика зміна в співвідношенні концентрацій слабкої кислоти та її солі, а значить і ненабагато змінюється рН.

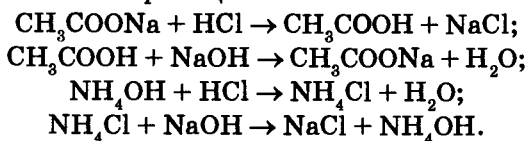
При додаванні лугу протони оцтової кислоти (резервна кислотність) вивільняються і нейтралізують додаткові йони OH^- , зв'язуючи їх у молекули води:



Кисотно-основна рівновага зміщується праворуч за принципом Ле Шательє.

У цьому випадку відбувається невелика зміна в співвідношенні концентрації слабкої кислоти та її солі, а значить, і незначна зміна рН. Зменшення концентрацій слабкої кислоти CH_3COOH точно зрівноважується підвищенням концентрації аніонів CH_3COO^- .

При додаванні до цих сумішей сильної кислоти або сильної основи відбуваються такі реакції:



Отже, при дії на буферний розчин сильної кислоти або сильної основи змінюється концентрація слабкої кислоти (або слабкої основи). Проте рН розчину практично не змінюється. Це пояснюється тим, що слабка кислота (або слабка основа) мало дисоціює, а за наявності однойменних йонів її солі дисоціація відбувається ще меншою мірою. Таким чином, рН буферної суміші під впливом сильної основи або сильної кислоти практично не змінюється.

Не змінюється рН буферної суміші і при розведенні, тому що залежить лише від співвідношення концентрації солі та кислоти. Це видно з формули, яку використовують для обчислення рН буферної суміші:

$$\text{pH} = \text{pK}_{\text{к-ти}} + \lg \frac{C_{\text{солі}}}{C_{\text{к-ти}}},$$

де $\text{pK}_{\text{к-ти}} = -\lg K_{\text{к-ти}}$.

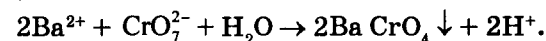
Для буферної суміші, що складається із слабкої основи та її солі, формула для обчислення рОН така:

$$\text{pOH} = \text{pK}_{\text{основа}} + \lg \frac{C_{\text{солі}}}{C_{\text{основа}}},$$

де $\text{pK}_{\text{основа}} = -\lg K_{\text{основа}}$.

Буферні розчини часто використовують у хімічній промисловості в якісному та кількісному аналізах, коли потрібно виконати реакцію при певному значенні рН.

Коли за допомогою дихромату калію виявляють йони барію в оцтовокислому середовищі за наявності йонів стронцію, відбувається така реакція:



У результаті реакції утворюється жовтий осад хромату барію, який розчиняється в кислоті. Ось чому виділення йонів гідрогену під час реакції — явище небажане. Щоб реакція відбувалася до кінця, розчин потрібно нейтралізувати. Використовувати для цього розчин лугу не можна, оскільки в лужному середовищі осаджується хромат стронцію. Тому йони гідрогену, що виділяються в результаті реакції, зв'язують додаванням розчину ацетату натрію. Утворюється буферна суміш, у якій рН близько 5. При цьому значенні рН стронцій залишається в розчині, йони барію повністю осаджуються.

Буферні суміші використовують у кількісному аналізі при титруванні слабких основ і слабких кислот. У цьому разі наприкінці титрування утворюються солі слабких кислот або основ і трохи вільної кислоти або основи. Тому щоб правильно вибрати індикатор, потрібно враховувати утворення буферної суміші і, виходячи з цього, обчислювати рН у точці еквівалентності.

У хімічному аналізі використовують такі буферні суміші: борної кислоти і борату натрію, одно- і двозаміщених фосфатів калію, винної кислоти та її солі, лимонної кислоти та її солі тощо.

Кожний буферний розчин має певну **буферну ємність** — здатність розчину зберігати сталу величину рН при додаванні кислот

або лугів. Вона визначається кількістю еквівалентних мас кислоти (або лугу), яку треба додати, щоб величина рН 1 л буферного розчину змінилася на одиницю.

Буферні розчини широко застосовуються в аналітичній хімії. В якісному аналізі багато процесів осадження малорозчинних електrolітів проходять при певному значенні рН розчину. Осадження йонів кальцію у вигляді солі $\text{CaK}(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ відбувається при певному значенні рН. З цією метою додають буферну суміш NH_4Cl . Щоб виявити йони магнію за допомогою моногідрофосфату натрію, застосовують буферну суміш ($\text{NH}_4(\text{OH}) + \text{NH}_4\text{Cl}$). Вона створює рН $\approx 8,5$, при якому гідроксид магнію не осаджується, а йон магнію виділяється у вигляді солі $\text{Mg}(\text{NH}_4)_2\text{PO}_4$.

Буферні розчини широко застосовуються і в кількісному аналізі. Гравіметричне визначення багатьох йонів (Al^{3+} , Mg^{2+} та ін.) відбувається за певного значення рН розчину, яке створюється за допомогою тієї чи іншої буферної суміші. Титриметричне визначення багатьох металів трилоном В проходить при певному значенні рН (8—10). Необхідне середовище створюється додаванням до розчину амонійної буферної суміші ($\text{NH}_4(\text{OH}) + \text{NH}_4\text{Cl}$).

Буферні розчини відіграють важливу роль у житті організму, забезпечуючи стаке рН його внутрішнього середовища. Наприклад, у крові людини наявні 3 види буферних систем: фосфатна, гідрокарбонатна, білкова.

Якщо в крові якимось чином створюється надлишок йонів H^+ , то він зв'язується з одним із компонентів тієї чи іншої буферної системи. Завдяки цьому в організмі людини сталим є рН не тільки крові (7,36—7,40), а й слини (7,0), жовчі (8,0) тощо. Зміна рН крові й жовчі може відбутися при різних захворюваннях. Наприклад, у тяжких випадках цукрового діабету рН крові зміщується в кислую сторону (ацидоз), а при тяжкій нирковій або печінковій недостатності може зміститися рН крові в лужний бік (алкалоз).

АЛГОРИТМ № 23

Буферні розчини для визначення рН

Фосфатні системи

рН	0,2 М Na_2HPO_4 , мл	0,1 М лимонна кислота, мл	рН	0,2 М Na_2HPO_4 , мл	0,1 М лимонна кислота, мл
2,4	1,24	18,76	5,6	11,60	8,40
3,0	4,11	15,89	6,0	12,63	7,37
3,4	5,70	14,30	6,4	13,85	6,15
4,0	7,71	12,29	7,0	16,47	3,53
4,6	9,35	10,65	7,6	18,73	1,27
5,0	10,30	9,70	8,0	19,45	0,55

Універсальні системи

До 100 мл системи однакових об'ємів 0,04 М H_3PO_4 , 0,04 М CH_3COOH і 0,04 М H_3BO_3 додають x мл 0,2 н. розчину NaOH

рН	x	рН	x	рН	x
2,09	7,5	6,09	42,5	9,62	75,0
2,56	15,0	6,59	47,5	9,91	77,5
3,29	20,0	7,00	52,5	10,38	80,0
4,1	25,0	7,54	57,5	11,20	85,0
4,56	30,0	7,96	60,0	11,58	90,0
5,02	35,0	8,69	65,0	11,98	100,0
5,33	37,5	9,15	70,0		

Питання для самоконтролю

1. Які розчини називають буферними?
2. Наведіть приклади буферних сумішей.
3. Як впливає на величину рН буферної суміші, що складається з оцтової кислоти та її натрієвої солі, невелика кількість сильної кислоти?

4. Як впливає на величину рН буферної суміші, що складається з гідроксиду амонію та хлориду амонію, невелика кількість лугу?
5. Чому розведення водою буферної суміші не змінює рН розчину?
6. Наведіть приклади застосування буферних сумішей.
7. Поясніть механізм дії і види буферних розчинів.
8. Поясніть, чому додавання невеликої кількості розчину гідроксиду натрію в буферний розчин ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{H}_3\text{BO}_3$) не змінює рН середовища.
9. Поясніть, чому розведення в 100 разів буферної суміші, що складається з NH_4OH і NH_4Cl , не змінює рН середовища.

ІНДИКАТОРИ

Матеріальне забезпечення

Індикатори: метилоранж, метиловий червоний, лакмус, фенолфталеїн.

Навчальна мета

Знати

1. Види індикаторів.
2. Характеристику індикаторів.

Уміти

1. Приготувати розчини індикаторів (метилового оранжевого, метилового червоного, фенолфталеїну).

План проведення заняття

1. Індикатори, їх характеристика.
2. Приготування розчинів індикаторів:
 - а) метилового оранжевого;
 - б) метилового червоного;
 - в) фенолфталеїну.

Теоретичні відомості

Індикатори

Індикатори — хімічні речовини, за якими при титриметричних методах аналізу можна виявити, що до титрованого розчину додано еквівалентну кількість титранту. Зміни, які відбуваються з індикаторами в точці еквівалентності, визначають візуальним або інструментальним методом.

Залежно від реакцій, на яких ґрунтуються титриметричні методи, індикатори бувають: кислотно-основні для водних і неводних середовищ, металохромні (в комплексонометрії), адсорбційні (осадоутворювальні) і окисно-відновні. Розчини та індикаторні суміші готують з тонкорозтертих індикаторів і допоміжних речовин кваліфікації “хімічно чистий” або “чистий для аналізу”. Наважку індикатору беруть з точністю 0,001 г і розчиняють у мірній колбі (розчин індикатору) або розтирають і перемішують у ступці з допоміжною речовиною (індикаторною сумішшю).

Для приготування розчинів індикаторів у розчині натру їдкою (0,02 моль/л) наважку індикатору розтирають у ступці з розчином луґу до розчинення. Отриманий розчин переносять у мірну колбу. З водорозчинних індикаторів готують 0,04 % водні розчини. Кількість індикатору, яку треба додати, повинна бути вказана. Розчини та індикаторні суміші готують у витяжній шафі з використанням індивідуальних засобів захисту (респіраторів, захисних окулярів, гумових рукавичок).

Індикатори, індикаторні суміші та розчини індикаторів зберігають у захищеному від світла місці. Індикаторні суміші та розчини змішаних індикаторів зберігають у банках або флаконах оранжевого кольору (табл. 1).

Кислотно-основні індикатори

Механізм дії індикаторів. Кислотно-основні індикатори змінюють свій колір при зміні рН середовища внаслідок зміни концентрації йонів гідрогену. Індикатори існують в дисоційованій і недисоційованій формах, які відрізняються забарвленням. Форми інди-

катору в розчині знаходяться в рівновазі, яка описується константою:

$$\begin{aligned} H_{\text{ind}} &\leftrightarrow H^+ + \text{Ind}^-; \\ K &= \frac{[H^+] \cdot [\text{Ind}^-]}{[H_{\text{ind}}]}; \\ pK &= pH + \lg \frac{[H_{\text{ind}}]}{[\text{Ind}^-]}. \end{aligned}$$

При зміні концентрації йонів гідрогену H^+ відбуваються зсуви рівноваги, які призводять до збільшення концентрації однієї з форм і зменшення іншої. При цьому змінюється забарвлення розчину. Наприклад, фенолфталеїн при $[H^+] > 10^{-9}$ (рН < 9) існує в основному в безбарвно недисоційованій формі, в лужному середовищі (рН > 9) — в дисоційованій формі червоно-малинового забарвлення. Забарвлення індикатору змінюється в деякому інтервалі змін рН середовища, який називають інтервалом переходу індикатору з однієї форми в іншу. Кожен індикатор має свій інтервал переходу, який залежить від особливостей структури індикатору.

Показник титрування. Індикатори характеризують показником титрування рТ, який являє собою величину рН середини інтервалу переходу, коли $[H_{\text{ind}}] = [\text{Ind}^-]$. При цьому:

$$pT = pK = pH + \lg \frac{[H_{\text{ind}}]}{[\text{Ind}^-]} = pH.$$

Наприклад, метиловий оранжевий змінює забарвлення від червоного до жовтого в інтервалі рН 3,1—4,4 і має показник титрування рТ 4,0. При рН 4 половина його молекул знаходиться в недисоційованій, половина — в дисоційованій формі. Вважають, що при рН = рТ титрування закінчується.

Забарвлення розчину залежить від його концентрації. Чим більша концентрація індикатору, тим інтенсивніше забарвлення розчину. Щоб уникнути неточностей, рекомендується до титрованого розчину завжди додавати відповідну кількість розчину індикатору (1—2 краплі).

Метиловий оранжевий (натрієва сіль 4-диметиламіноазобензол-4'-сульфакислоти). Порошок жовто-оранжевого кольору, який ут-

ворює жовті розчини в лужному середовищі. У кислому середовищі індикатор змінює забарвлення до червоного внаслідок утворення хіноїдної сполуки.

Інтервал переходу забарвлення в межах рН 3,1 — 4,4, рТ 4. Використовують 0,1% водний розчин метилового оранжевого. 0,05 г барвника розчиняють в 100 мл води, індикатор застосовують у кількості 1—4 краплі.

Метилловий червоний (N-диметиламіноазобензол-2-карбонова кислота). Подібна до будови метилового оранжевого. Порошок червоно-бурого кольору. В лужному середовищі знаходиться у вигляді жовтої азоформи, а в кислому переходить у червону хіноїдну форму. Інтервал переходу — в інтервалі змін рН 4,2—6,2, рТ 5. Використовують у вигляді 0,2 % розчину в 60 % етанолі. 0,2 г барвника розчиняють у 100 мл суміші, яка складається із 60 мл етилового спирту і 40 мл води. Індикатор застосовують у кількості 1—3 краплі.

Лакмус. 1 г барвника розчиняють у 100 мл води. Застосовують 2—10 крапель.

Фенолфталеїн. 4,4-диоксифталофенол, порошок білого кольору. Водні розчини в кислому середовищі безбарвні, в лужному — червоно-малинового кольору внаслідок утворення хіноїдного угруповання.

Інтервал переходу при рН 8,0—10,0, рТ 9,0. Використовують у вигляді 0,1 % розчину в 50 % етанолі. У лужному середовищі (рН > 12) фенолфталеїн знебарвлюється.

0,1 г барвника розчиняють у суміші спирту і води (70 мл етанолу і 30 мл води).

Таблиця 1. Характеристика індикаторів

Назва індикатору	Забарвлення індикатору		Інтервал індикатора в рН
	Кислотна форма	Лужна форма	
Метилоранж	Червона	Жовта	3,1—4,4
Метил червоний	Червона	Жовта	4,2—6,2
Лакмус	Червона	Синя	5,0—8,0
Фенолфталеїн	Безбарвна	Червоно-фіолетова	8,0—9,8

АЛГОРИТМ № 24

Приготування розчину метилового оранжевого

1. Зважте 0,05 г барвника (метилоранжу).
2. Розчиніть наважку в 100 мл води.
3. Застосуйте індикатор у кількості 3—4 краплі на 25 мл титрованого розчину.

АЛГОРИТМ № 25

Приготування розчину метилового червоного

1. Зважте 0,2 г барвника (метилового червоного).
2. Розчиніть наважку в суміші (60 мл етилового спирту і 40 мл води).
3. Застосуйте індикатор у кількості 1—3 краплі на 25 мл титрованого розчину.

АЛГОРИТМ № 26

Приготування розчину фенолфталеїну

1. Зважте 0,1 г барвника (фенолфталеїну).
2. Розчиніть наважку в суміші (70 мл етанолу і 30 мл води).
3. Застосуйте індикатор у кількості 2 краплі на 25 мл титрованого розчину.

Питання для самоконтролю

1. Що таке індикатор?
2. У якому методі визначення застосовують індикатори?
3. Які є види індикаторів?
4. Як приготувати індикатори згідно з Державною фармакопеєю?

УСТАНОВЛЕННЯ ТИТРУ 0,1 М РОЗЧИНУ ГІДРОКСИДУ НАТРІЮ ЗА СТАНДАРТИМ РОЗЧИНОМ ХЛОРИСТОВОДНЕВОЇ КИСЛОТИ

Матеріальне забезпечення

Бюретки, піпетки, конічні колби, розчини NaOH, розчини HCl, фенолфталеїн, метилоранж.

Навчальна мета

Знати

1. Кислотно-основний метод титриметричного аналізу.
2. Індикатори, які використовуються в кислотно-основному методі.
3. Показник титрування.

Уміти

1. Проводити титрування.
2. Проводити розрахунки в титриметричному аналізі.
3. Установити титр 0,1 М розчину натрій гідроксиду за стандартним розчином HCl.

План проведення заняття

1. Титриметричний аналіз, його суть, методи.
2. Установлення титру 0,1 М розчину гідроксиду натрію за стандартним розчином HCl.

Теоретичні відомості

Установлення титру 0,1 М розчину гідроксиду натрію

Вихідним розчином є 0,1 М розчин HCl, приготовлений з фіксаналу. Титрування з індикатором фенолфталеїном (мал. 19).

Приготовленим розчином лугу заповнюють бюретку місткістю 25 мл. У дві конічні колби (колби Ерленмейера) місткістю 250 мл відбирають піпеткою по 10 мл 0,1 н. розчину HCl. Розчин кислоти розбавляють дистильованою водою (20—30 мл), додають дві краплі розчину фенолфталеїну і титрують розчином лугу до появи блідо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 30 с. Титрування повторюють до отримання 2—3 близьких результатів.

Результати титрування записують і розраховують точну молярну концентрацію еквівалента розчину лугу і титр за тою кислотою, яку будуть визначати.

Результат аналізу:

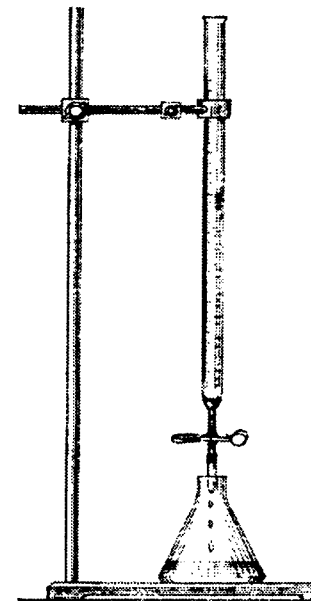
$$V_{\text{HCl}} = 10 \text{ мл}$$

$$N_{\text{HCl}} = 0,1 \text{ н}$$

$$V_{1\text{NaOH}} = 10,70 \text{ мл}$$

$$V_{2\text{NaOH}} = 10,75 \text{ мл}$$

$$V_{3\text{NaOH}} = 10,73 \text{ мл}$$



Мал. 19. Положення колби при титруванні

Мікрокількісні визначення речовин

Мікрохімічний аналіз здебільшого зберігає принципи мікроаналізу, але відзначається своєрідною технікою виконання, апаратурою, а також деякими специфічними для нього теоретичними особливостями.

Для мікрокількісних визначень наважка речовини може дорівнювати або бути менша ніж 10 мг. Визначати можна досить точно і швидко за рахунок скорочення часу на звичайних маніпуляціях аналізу, як от: фільтрування, відгонка, прожарювання та ін. Крім того, для титрування малих об'ємів розчину витрачається значно менше часу, ніж у макроаналізі. Звідси виходить, що мікрохімічний аналіз, зокрема мікрокількісний, можна використати в аналітичній практиці заводських, науково-дослідних, клінічних та інших лабораторій. Особливо важливого значення набувають мікророззначення під час виконання різних біологічних, судово-експертних і клінічних досліджень, тобто там, де доводиться маніпулювати невеликими кількостями матеріалу.

Деякі фактори, які не мають важливого значення в макрохімічних аналізах, помітно впливають на точність одержуваних результатів при мікророззначенні (наприклад, індикаторна помилка). Щоб уникнути цих помилок або щоб їх було менше, необхідно користуватися чутливішими методами аналізу, більш досконалою апаратурою і за можливістю скорочувати кількість маніпуляцій аналізу.

АЛГОРИТМ № 27

Техніка кислотно-основного титрування

1. Заповніть бюретку розчином лугу (0,1 М NaOH).
2. Доведіть рівень рідини до нульової точки.
3. Помістіть титрований розчин (HCl) в конічну колбу (колбу Ерленмейера), додайте 2 краплі розчину індикатора фенолфталеїну.
4. Підставте колбу з титрованим розчином під бюретку так, щоб кінчик бюретки не був надто високо над колбою і не дуже низько.
5. Покладіть під колбу листок білого паперу (щоб краще помітити зміну забарвлення розчину).
6. Тримайте колбу правою рукою, а лівою відкривайте і закривайте кран або затискувач, випускаючи рідину з бюретки. Розчин повинен витікати краплинами, спочатку швидше, а ближче до кінцевої точки — дуже повільно.
7. Перемішуйте обертальними рухами розчин у колбі під час титрування.

8. Припиніть додавати розчин, коли зміна його забарвлення покаже, що процес титрування закінчився.

9. Визначте об'єм робочого розчину, витраченого на титрування.

10. Запишіть результати титрування в робочий журнал.

11. Перевірте правильність результатів титрування (паралельним визначенням для цього в другу конічну колбу помістіть таку саму кількість титрованого розчину, заповніть бюретку робочим розчином і повторіть титрування). Якщо результати двох визначень розходяться не більш ніж на 0,1 мл (для бюретонок місткістю 25 або 50 мл), вважайте їх правильними. У випадку розходження отриманих результатів титрування повторюють.

12. Проведіть 3 паралельні аналізи, якщо потрібне дуже точне визначення.

13. Обчисліть середнє арифметичне результатів аналізу і запишіть у робочий журнал.

Питання для самоконтролю

1. Який титриметричний метод називається кислотно-основним?
2. Вміст яких речовин можна визначити кислотно-основним методом?
3. Розчини яких речовин застосовують як робочі розчини в цьому методі?
4. Які речовини застосовують як вихідні речовини в цьому методі?
5. Чому розчин натрій гідроксиду не можна готувати за точно взятою наважкою?
6. Як фіксується точка еквівалентності в кислотно-основному методі?
7. Які індикатори використовують у кислотно-основному методі?
8. Що називається інтервалом переходу індикатора?
9. Що називається показником титрування?
10. Яке забарвлення має індикатор фенолфталеїн при рН 7,0; 9,0; 13,0?
11. Яке забарвлення має метилоранжевий при рН 2,0; 5,0; 7,0?

ТИТРУВАННЯ ПІД ЧАС МІКРОВИЗНАЧЕНЬ

Матеріальне забезпечення

Мікробюретки Банга, Романа, мікропіпетки, конічні скляночки ємністю 20, 30 мл.

Навчальна мета

Знати

1. Мікрохімічний метод кількісного аналізу.
2. Типи мікробюреток.
3. Внутрішні і зовнішні індикатори.

Уміти

1. Користуватися мікропіпетками та мікробюретками.
2. Титрувати під час мікрОВИзначень.

План проведення заняття

1. Титрування під час мікрОВИзначень.
2. Виконання практичної роботи (титрування 0,01 н розчину соляної кислоти 0,01 н розчином гідроксиду натрію).

Теоретичні відомості

МікрOKількісний аналіз

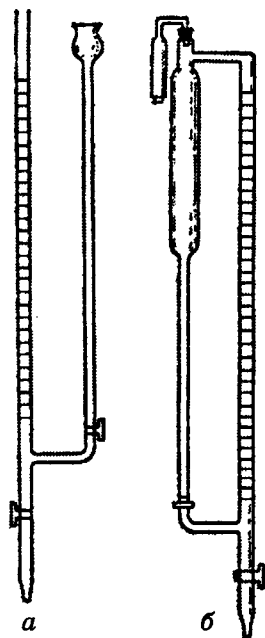
Особлива чистота мікробюреток, мікропіпеток і посуду для титрування — перша вимога до мікроапаратури. Погане стікання розчинів призводить до незадовільних результатів аналізу. Прилади і посуд миють хромовою сумішшю (інколи теплою), мильною водою, рідше — спиртом та ефіром. Рекомендується обробляти посуд водяною парою. Ознакою чистоти є добре стікання води, повна відсутність прилипання крапель до стінок приладу.

Мікропіпетки. Піпетки, що застосовуються в мікроаналізі, являють собою товстостінні капіляри об'ємом 0,1—0,2 мл з поділками на 0,01 або 0,001 мл. Для відмірювання 1—3 мл розчину є піпетки відповідного об'єму з одною позначкою. При роботі з піпеткою дотримуються усіх правил роботи з нею. В багатьох лабораторіях для зповнення мікропіпеток, особливо при роботі зі шкідливими та їдкими рідинами, застосовують вакуум.

Посуд для титрування. Титрування під час мікроаналізу проводять у конічних скляночках або у звичайних хімічних склянках місткістю 20—30 мл. Маленькі об'єми рідини титрують у пробірках або в мікросклянках. Для перемішування розчину під час титрування застосовують тонкі скляні палички з кульками на кінцях. У вузьких пробірках паличкою перемішувати незручно, тому користуються струменем газу. У такому випадку за забарвленням спостерігають зверху вниз.

Титрування за допомогою мікробюретки

Мікробюретки є різних конструкцій (мал. 20). Вони дають змогу брати відлік з точністю до 0,01—0,001 мл, а в деяких випадках — з більшою точністю. Найбільш поширена мікробюретка Банга (мал. 20, а). Вона складається з двох частин: власне, бюретки, градуйована частина якої має об'єм 3 мл з поділками на 0,001 мл, і резервуара із запасом титрованого розчину.



Мал. 20. Мікробюретки:
а — Банга; б — Романа

вані розчини. Часто користуються мікробюретками із закритим резервуаром, наприклад мікробюреткою Романа (мал. 20, б).

Абсолютно чисту бюретку ополіскують 3—4 рази дистильованою водою і 3 рази тим розчином, яким вона буде заповнюватися. Для того щоб промити бюретку і заповнити її розчином, наповнюють спочатку резервуар, потім відкривають кран і рідина рівномірно заповнює бюретку, піднімаючись угору. Відкривши кран бюретки, установлюють рівень розчину в бюретці на нульовій поділці. Після цього починають титрувати, випускаючи розчин з бюретки краплями. Краплі розчину повинні мати об'єм не більший ніж 0,01 мл. Щоб зменшити об'єм крапель, до вивідної частини мікробюретки за допомогою шматочка каучукової трубки міцно приєднують тонку скляну трубку, відтягнуту в капіляр.

Мікробюретка Банга непридатна для розчинів, які швидко змінюються від дії повітря, оскільки в її резервуарі не можна довго зберігати такі титро-

АЛГОРИТМ № 28

Техніка титрування під час мікрОВИзначень

1. Сполосніть чисту мікробюретку Романа 3—4 рази дистильованою водою і 3 рази тим розчином, яким будете її заповнювати.
2. Заповніть резервуар.
3. Відкрийте кран, щоб рідина, піднімаючись угору, рівномірно заповнила бюретку.
4. Установіть рівень розчину в бюретці на нульовій поділці.

5. Титруйте, випускаючи розчин з бюретки краплями. Краплі розчину повинні бути не більше ніж 0,01 мл.
6. Запишіть результати аналізу в робочий журнал.

Питання для самоконтролю

1. Згідно з якою формулою роблять розрахунок під час титрування?
2. Який розчин в об'ємному аналізі називають робочим?
3. Як правильно набрати розчин у піпетку і вилити його?
4. Як підготувати бюретку до титрування?
5. Наважка щавлевої кислоти, взята для обчислення нормальності розчину їдкого калію, дорівнює 0,2542 г. Чому дорівнює точна молярна концентрація еквівалента розчину KOH, якщо на титрування кислоти його витрачено 10,40 мл?
6. Для визначення точної нормальності розчину перманганату калію взято 10 мл 0,1 М розчину щавлевої кислоти. На титрування трьох паралельних проб витрачено 10,23; 10,25 і 10,20 мл розчину калію перманганату. Яка молярна концентрація еквівалента розчину калію перманганату?
7. Для титрування невідомої кількості соляної кислоти витрачено 10,32 мл 0,1022 н розчину гідроксиду натрію. Яка кількість HCl у пробі?
8. Якими мікропіпетками і посудом користуються під час мікротитрування?
9. Назвіть типи мікробюреток.
10. Для чого застосовують індикатори?
11. Що таке внутрішні і зовнішні індикатори?

МІКРОСКОП ТА ТЕХНІКА МІКРОСКОПУВАННЯ

Матеріальне забезпечення

Мікроскопи біологічні МБІ-3, МБР-1, бінокулярні БМ-56, стереоскопічні МБС-1.

Навчальна мета

Знати

1. Будову мікроскопа.
2. Призначення мікроскопа.
3. Вимоги до препарату для мікроскопічного дослідження.

Уміти

1. Приготувати нативні препарати.
2. Проводити аналіз мікроскопічним методом.

План проведення заняття

1. Вивчення будови мікроскопа.
2. Техніка мікроскопування.

Теоретичні відомості

Мікроскоп — оптичний прилад, призначений для розгляду об'єктів, невидимих неозброєним оком.

Такими об'єктами можуть бути мікроорганізми, тканини та окремі клітини, кристали солей та ін. Для мікроскопічного дослі-

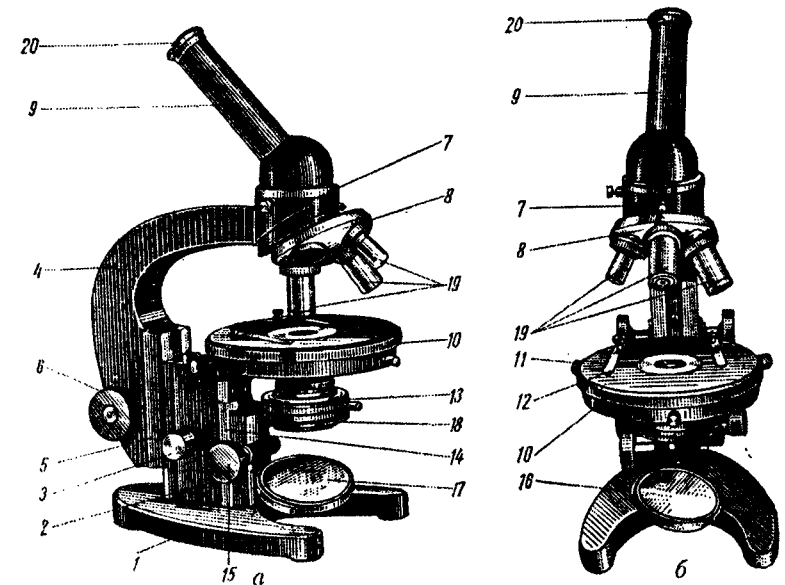
дження з них виготовляють препарати. Матеріали подрібнюють, просвічують, забарвлюють, кладуть у розчинні рідини, роблять мазки на предметних скельцях.

Для дослідження в галузі медицини, біології, мікробіології, як правило, використовують біологічні мікроскопи типу МБІ-3, МБР-1, а також бінокулярний (БМ-56), стереоскопічний (МБС-1) та ін.

Принцип роботи різних типів мікроскопів однаковий.

Будова мікроскопа

Мікроскоп складається з оптичної і механічної частин (мал. 21).



Мал. 21. Будова мікроскопа:

a — вигляд збоку; *б* — вигляд спереду. 1 — черевик; 2 — коробка мікромеханізму; 3 — мікрогвинт; 4 — тубусотримач; 5 — механізм для грубої подачі тубуса; 6 — макрогвинт; 7 — головка з гніздом; 8 — револьверна система; 9 — тубус; 10 — предметний столик; 11 — гвинт; 12 — клема; 13 — оправа конденсора; 14 — кронштейн; 15 — гвинт; 16 — вилка дзеркала; 17 — дзеркало; 18 — конденсор; 19 — об'єктив; 20 — окуляр

Механічна частина складається зі штатива, коробки з мікро-механізмом, макромеханічного гвинта, тубусотримача, револьверної системи, предметного столика, гвинта та оправи конденсора, вилки для дзеркала. Ці деталі потрібні для зміцнення і пересування оптичних частин мікроскопа.

Штатив є опорою всіх складових частин мікроскопа. Основа його — черевик підковоподібної форми (1), що надає мікроскопу стійкості. На ньому монтується коробка мікромеханізму (2), яка являє собою систему зубчастих коліс, що приводиться в дію поворотом мікрогвинта (3). Мікромеханізм потрібен для точного фокусування зображення, що дає змогу розглядати деталі. До коробки мікромеханізму кріпиться тубусотримач (4), який фіксує в певному положенні оптичні частини мікроскопа. У нижній його частині розміщений механізм для грубої подачі тубуса (5) за допомогою макрогвинтів (6), розміщених з обох сторін тубусотримача. Тубусотримач переміщується в межах 5—10 мм, встановлюючи фокусні відстані для об'єктів з різним збільшенням.

Тубусотримач (4) мікроскопа типу МБІ має форму дуги. У верхній частині його розміщена головка з гніздом (7) для кріплення до тубуса револьверної системи (8). Тубус фіксується в гнізді за допомогою гвинта, послабивши який, легко повернути тубус праворуч і ліворуч. Тубус (9) закріплений похило, що створює кращі умови для роботи. Револьвер має чотири отвори з різьбою для загвинчування об'єктивів. Сферична його частина повертається, що дозволяє швидко замінити один об'єktiv на інший. Предметний столик мікроскопа (10) призначений для розміщення і закріплення на ньому досліджуваного препарату. Він знаходиться над коробкою мікромеханізму — під револьвером і тубусом. Верхня частина предметного столика може повертатися за допомогою двох невеликих гвинтів (11), що знаходяться праворуч і ліворуч, та пружини, прихованої в передній частині столика. Це дає можливість переміщувати препарат відносно об'єктива в межах 8 мм і переводити частину, що цікавить досліджувача, в центр поля зору. В середині предметного столика є круглий наскрізний отвір, через який проходять промені світла, що освітлюють препарат. У верхній частині столика зроблено декілька малих отворів. Два з них потрібні для встановлення клем (12) — металевих пружинних пластинок, при-

значених для закріплення препарату на предметному столику. В інших отворах можна закріпити препаратодій, за допомогою якого переміщують препарат на точно визначену відстань праворуч, ліворуч і вниз.

Оправа (гільза) конденсора (13) закріплена на кронштейні (14), розміщеному на коробці мікромеханізму під предметним столиком. Невеликий гвинт утримує конденсор у гільзі. За допомогою гвинта (15) конденсор можна переміщувати вгору і вниз на 20 мм. Під гільзою конденсора кріпиться вилка дзеркала (16).

Оптична частина складається з освітлювальної та збільшувальної систем.

Освітлювальна система включає в себе дзеркало (17) і конденсор (18) з діафрагмою.

Дзеркало мікроскопа направляє світло на об'єкт. Воно має дві відображальні поверхні: з одного боку плоску, а з іншого — увігнуту. Увігнуте дзеркало використовується під час роботи з штучним освітленням і об'єктивами малих збільшень. При природньому освітленні краще використовувати плоску поверхню дзеркала.

Дзеркало обертається на півкруглій вилці, яка повертається справа наліво, тому воно може переміщуватись у двох взаємно перпендикулярних напрямках, що дозволяє збільшувати освітлення.

Конденсор зосереджує промені світла, відображені дзеркалом на препараті. Конденсор складається з двох розгвинчуваних частин. Верхня частина, конусоподібна, вміщує одну або декілька лінз, верхня з яких повернута до отвору в предметному склі мікроскопа. Нижня частина, циліндрична, має одну лінзу. В її оправу вмонтована діафрагма, яка складається з окремих зігнутих металевих пластинок. Пластинки зміщуються, накладаються одна на одну завдяки руху з'єднаної з ними ручки. При цьому отвір діафрагми звужується або розширюється. Ступенем розкриття діафрагми регулюється світосила конденсора. При звуженні отвору діафрагми через конденсор проходять тільки промені, близькі до центра, чим досягається велика чіткість зображення. На конденсорі знизу є рухома оправа (рамка) для світлофільтра.

Світлофільтр матового або синього скла використовують для пом'якшення дуже яскравого світла.

Збільшувальна частина створює збільшувальне зворотне і уявне зображення об'єкта. Вона складається з окуляра, встановленого в тубус, та об'єктива.

Об'єктив направлений на досліджуваний об'єкт (звідси і його назва). Він являє собою коротку металеву трубку, в якій монтується система лінз. Мікроскопи типу МБІ оснащені трьома об'єктивами $\times 8$, $\times 40$ і $\times 90$ (19), які дають відповідно мале, середнє і велике збільшення. Під об'єктивом $\times 90$ розглядають найменші об'єкти.

Об'єктиви вкручені в рухомий револьвер, поворотом якого один об'єктив легко замінити на інший. Це важливо, оскільки інколи деталь, помітну при малому збільшенні об'єкта, необхідно вивчити при великому збільшенні. Об'єктиви повинні бути централізовані, точка препарату, яка встановлена в центрі поля зору при слабкому об'єктиві, повинна залишатись у полі зору і сильнішого об'єктива. Для цього лінзи монтують так, щоб оптична вісь кожного об'єктива збігалася з оптичною віссю тубуса.

У верхній частині тубуса є окуляр (20), який складається з двох лінз, вставлених у металеву оправу. В окуляр спрямоване око дослідника. Для біологічних мікроскопів використовують окуляри із збільшенням у 7, 10 і 15 разів. На кожному об'єктиві і окулярі вигравіювана цифра, яка вказує збільшення.

Таким чином, найменше збільшення мікроскопів типу МБІ в 56 разів (8 — збільшення об'єктива, помножене на 7 — збільшення окуляра), а найбільше — в 1350 (90×15). Око дослідника, мов продовжуючи оптичну систему мікроскопа, переломлює промені, які вийшли з окуляра, і будує збільшене зображення об'єкта на сітківці ока.

У мікроскопі типу МБІ, де тубус розміщений під кутом 45° до об'єктива, є доповнююча призма, яка змінює хід променів і спрямовує їх в окуляр.

Лінзи мікроскопа, які збільшують об'єкт, породжують і від'ємні явища, які заважають дослідженню. Бокові промені, які падають на краї лінзи, заломлюються найбільше і роблять зображення об'єкта розмитим, нечітким. Це явище називається *сферичною аберрацією*. Крім цього, білий промінь світла, проходячи через лінзу,

розкладається, тому зображення об'єкта бачимо в обрамленні веселки. Це явище називається *хроматичною аберрацією*. Для усунення цих явищ в об'єктивах мікроскопа монтують цілу систему вправних лінз.

Приготування препаратів для мікроскопування

Препарати для мікроскопування готують з крові, виділень людського організму (сеча, кал), колоній бактерій, тваринних і рослинних тканин і багатьох інших об'єктів. У деяких випадках приготування препаратів не складне, а в інших потрібна спеціальна техніка.

Просто готують *нативні препарати* — об'єкти в їхньому природному вигляді. У такому випадку матеріал наносять на предметне скло і покривають його тонким покривним скельцем. Іноді його змішують з ізотонічним розчином хлориду натрію або гліцерином, щоб розділити, просвітлити і запобігти висиханню. Так готують препарати для мікроскопічного дослідження осаду сечі, мокроти, калу.

Широко застосовують метод забарвлення препаратів для мікроскопування. Спосіб забарвлення залежить від особливостей досліджуваного матеріалу та мети дослідження.

Різні частини препарату сприймають барвник по-різному, що робить їх чіткішими, дає змогу відрізнити одні від інших окремі структури. Наприклад, мазки крові фарбують азур-еозином для підрахунку лейкоцитарної формули, фуксином — для підрахунку тромбоцитів, азуром II — для підрахунку ретикулоцитів.

Для бактеріоскопії (дослідження під мікроскопом мікробів) існує велика кількість методів фарбування, у тому числі й складних — двома і більше барвниками.

Існує негативне фарбування, коли фарбують фон, на якому чітко видно нефарбовані мікроби (наприклад, бліду трепонему).

Препарат для мікроскопії не повинен бути товстим або густим, оскільки світло має добре просвічувати його. Тому приготування гістологічних препаратів з тканин потребує досить складної техніки.

Тканини обробляють спиртами, формаліном або фіксувальними сумішами, просочують целоїдином, парафіном або желатином.

Потім тканину нарізують найтоншими шарами за допомогою спеціального приладу — мікротома. Після цього зрізи фарбують гематоксилін-еозином, суданом, складними сумішами фарб, сріблом та ін. Зрізи закріплюють на предметному склі сумішшю білка з гліцерином. Для зберігання препаратів зрізи заливають канадським бальзамом і накривають покривним скельцем. Бальзам висихає, і гістологічний препарат може зберігатися протягом багатьох років.

Для мікроскопування насамперед необхідно установити добре освітлення поля зору.

Під час роботи з природним освітленням робочий стіл лаборанта повинен стояти біля вікна, щоб світла було достатньо. Мікроскопувати рекомендується біля вікон, обернених на північ, оскільки прямі сонячні промені створюють надлишок освітлення, яке засліплює очі. Природне світло спрямовують у конденсор плоским дзеркалом. Конденсор повинен бути піднятий і діафрагма відкрита. Встановлюють об'єктив $\times 8$, окуляр $\times 7$ або $\times 10$. Контролюючи оком, повертають дзеркало до тих пір, поки поле зору не стане рівномірно та інтенсивно освітленим.

У разі природного освітлення освітлювач (типу ОІ-19) установлюють на відстані 10—12 см від дзеркала мікроскопа. Дзеркало повинно бути обернене до освітлювача увігнутою поверхнею і повернуте під кутом приблизно 45° до осі конденсора. Переміщуючи освітлювач, світло направляють на центр дзеркала, яке відбиває промені в лінзу конденсора.

Користуються також освітлювачами (типу ОІ-32, ОІ-35), які вставляють замість дзеркала в основі мікроскопа під конденсор. Пересуваючи патрон з лампою вздовж осі освітлювача і повертаючи освітлювач навколо його осі, домагаються найінтенсивнішого освітлення поля зору мікроскопа. Щоб освітлення було більш рівномірне, в гніздо оправу освітлювача або в рухому оправу конденсора вставляють матове або сине скло.

Препарат кладуть на предметний столик, притискають клемми (12) і розглядають при малому збільшенні. Для цього препарат встановлюють під об'єктивом $\times 8$, конденсор (18) опускають, при сильному світлі закривають діафрагму.

Повертаючи макрогвинт (6), необхідно знайти робочу відстань між об'єктом і лінзою об'єктива (19), при якій отримуємо зобра-

ження. Для об'єктива $\times 8$ вона становить 10—12 мм. Обертаючи макрогвинт від себе, опускають тубус, обертаючи на себе — піднімають. Макрогвинтом обережно переміщують тубус до появи чіткого зображення об'єкта поля зору. Обертаючи верхню частину предметного скла, гвинтами (11) встановлюють у центрі поля зору ту частину об'єкта, яку потрібно розглядати при великому збільшенні. Потім, не піднімаючи тубус, потрібно повернути револьвер так, щоб помістити над об'єктом об'єктив $\times 40$. Світло необхідно посилити: відкрити діафрагму і трохи підняти конденсор до середнього положення. Знову знаходять робочу відстань між об'єктивом $\times 40$ і об'єктом. Для цього об'єктива воно дорівнює близько 2—3 мм.

Фокусування проводять дуже обережно, щоб не допустити зіткнення об'єктива з препаратом і пошкодження того чи іншого, оскільки об'єктив майже торкається препарату. Під контролем ока терміново піднімають тубус до отримання зображення об'єкта. Обертанням мікрогвинта (3) домагаються чіткості зображення.

Імерсійне мікроскопування використовують в разі необхідності великого збільшення. На препарат, а в деяких випадках на верхню лінзу конденсора наносять краплю імерсійної олії. Для імерсії використовують кедрову олію. Освітлення повинно бути сильним, конденсор піднятий повністю і діафрагма відкрита. Імерсійну олію використовують для створення між препаратом і об'єктивом однорідного середовища, яке заломлює світлові промені так само, як і лінзи об'єктива. Це сприяє отриманню чіткого зображення при великому збільшенні.

Препарат кладуть на предметний столик і притискають клемми. Об'єктив $\times 90$ занурюють у краплю імерсійної олії до зіткнення з препаратом. Потім, дивлячись в окуляр, піднімають тубус дуже обережними рухами макрогвинта, оскільки робоча відстань між об'єктивом і об'єктом у цьому випадку становить 1—1,5 мм. За допомогою мікрогвинта отримують чітке зображення і продивляються об'єкт пошарово. Працюючи мікрогвинтом, слід повернути його повільно на неповний оберт. Заборонено багаторазово обертати мікрогвинт: це розладнає мікромеханізм, що призведе до порушення регулювання та зменшення чіткості зображення.

Мікроскопію слід вести поетапно лівим або правим оком. Для запобігання втомі обоє очей повинні бути відкриті.

Сидіти під час роботи потрібно зручно, не нахилиючись низько до окуляра. Після кожної години мікроскопування слід 10 хв відпочити.

Догляд за мікроскопом та його зберігання

У неробочий час мікроскоп зберігається в спеціальному ящику або під поліетиленовим футляром. Після роботи мікроскоп необхідно витерти м'якою ганчіркою, зволоженою бензином. Робити це потрібно обережно, тому що органічні розчинники руйнують смоли, якими склеєні лінзи об'єктива. Не дозволяється імерсійну олію замінювати на рослинні або мінеральні.

Не можна торкатись пальцями до поверхні лінз, тому що на них залишаються масні сліди, які порушують чіткість зображення.

Якщо на фронтальну лінзу об'єктива або окуляра потрапив пил, її дуже обережно протирають ганчіркою, ледь зволоженою бензином. Якщо засмічені внутрішні частини об'єктивів або окулярів, то чистити їх рекомендується в спеціальних майстернях. Розбирати об'єктив студентам заборонено.

Щоб зберегти чорний зовнішній вигляд мікроскопа, його необхідно періодично протирати тканиною, зволоженою безкислотним вазеліном, а потім сухою м'якою ганчіркою.

АЛГОРИТМ № 29

Техніка мікроскопування

1. Установіть добру освітленість поля зору мікроскопа.
2. Помістіть досліджуваний препарат на предметний столик.
3. Притисніть препарат клемами.
4. Поверніть макрогвинт, знайдіть робочу відстань між об'єктом і лінзою об'єктива.
5. Опустіть тубус, повертаючи макрогвинт від себе.
6. Підніміть тубус, повертаючи макрогвинт до себе.
7. Поверніть верхню частину предметного столика гвинтами, встановивши в центрі поля зору ту частину об'єкта, яку треба розглядати при великому збільшенні.

8. Поверніть револьвер так, щоб об'єктив помістився над досліджуваним препаратом.

9. Підсильте світло: відкрийте діафрагму і підніміть конденсор до середнього положення.

10. Фокусування проводьте обережно, щоб не допустити зіткнення об'єктива з препаратом.

11. Підніміть тубус до отримання зображення об'єктива (під контролем ока).

12. Добийтеся чіткості зображення повертанням мікрогвинта.

Питання для самоконтролю

1. З яких частин складається мікроскоп?
2. Що входить до механічної, освітлювальної і збільшувальної частини мікроскопа?
3. Що означають цифри, вигравіювані на об'єктивах і окулярах?
4. Які межі збільшення мікроскопа МБІ?
5. Яке збільшення мікроскопа при об'єктиві $\times 40$ і окулярі $\times 10$, при об'єктиві $\times 8$ і окулярі $\times 15$?
6. Яке призначення конденсора?
7. Яке зображення дає мікроскоп?
8. Що називається нативним препаратом і яка техніка його приготування?
9. Для чого змінюють забарвлення препаратів?
10. Що може бути об'єктом мікроскопічного дослідження?
11. Які вимоги до препарату для мікроскопічного дослідження?
12. Який об'єктив призначений для роботи з малим збільшенням, з великим збільшенням, імерсійною системою?
13. У яких положеннях повинен бути конденсор при малому, великому та імерсійному збільшенні?
14. Як перевести мікроскоп з малого збільшення на велике?
15. У чому перевага мікроскопів з імерсією і коли їх застосовують?

pH-МЕТР

Матеріальне забезпечення
pH-Метр.

Навчальна мета

Знати

1. Будову pH-метра.
2. Принцип роботи pH-метра.
3. Буферні розчини.

Уміти

1. Підготувати прилад до роботи.
2. Визначати кислотність середовища за допомогою pH-метра.

План проведення заняття

1. Будова pH-метра (ЛПУ-01).
2. Техніка роботи з приладом ЛПУ-01.
3. Вимірювання pH-розчинів.

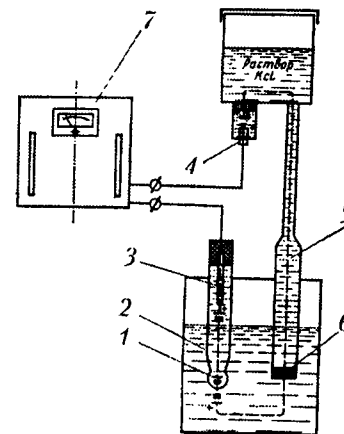
Теоретичні відомості

pH-Метри

pH-Метрія — це визначення концентрації йонів гідрогену або реакції розчину (його кислотності або лужності), яка проводиться за допомогою приладу pH-метра.

pH-Метр

Принципова схема pH-метра (мал. 22). Для вимірювання величини pH використовують електродну систему зі скляним електродом, електрорушійна сила якого залежить від активності йонів гідрогену в розчині.



Мал. 22. Схема будови pH-метра:

1 — трубка з напаяною на конус кулею; 2 — скляний електрод; 3 — контактний електрод внутрішній; 4 — контактний електрод зовнішній; 5 — трубка з насиченим розчином хлориду калію; 6 — пориста перегородка; 7 — мілівольтметр

Скляний електрод (2) являє собою трубку з напаяною на конус кулею (1).

При зануренні електрода в розчин між поверхнею кулі електрода і розчином відбувається обмін йонами, внаслідок чого йони літію в поверхневих шарах скла заміщуються йонами гідрогену, і скляний електрод набуває властивостей водневого електрода.

Між поверхнею скла і досліджуваним розчином виникає різниця потенціалів, величина яких визначається активністю водню в розчині.

Для створення електричного ланцюга при вимірюванні використовують контактні електроди: внутрішній контактний електрод (3), який здійснює електричний контакт з розчином (заповнює внутрішню частину електрода), і зовнішній контактний електрод (допоміжний) (4), який здійснює контакт з досліджуваним розчином.

Щоб захистити допоміжний електрод від дії високих температур (при вимірюванні pH гарячих розчинів), допоміжний електрод поміщують поза досліджуванним розчином і з'єднують з ним за допомогою трубки (5), яка заповнена насиченим розчином хлориду калію. Ця трубка закінчується пористою перегородкою (6). Розчин хлориду калію безперервно просочується через пористу перегородку, що запобігає проникненню з досліджуваного розчину в систему електрода (4) сторонніх йонів, які можуть змінити величину електродної сили (ЕРС) електрода.

ЕРС електродної системи залежить від величини pH розчину.

Вимірюванням ЕРС електродної системи за допомогою електричного мілівольметра (7), шкала якого градуйована в одиницях pH, визначають величину pH досліджуваного розчину.

Будова приладу ЛПУ-01. pH-Метр з датчиком — це настільний лабораторний прилад.

Елементи вимірювальної схеми приладу і його електронний підсилювач розміщені в металевому корпусі. Управління приладом виведено на його передню панель. У верхній частині панелі встановлено показчик, шкала якого пронумерована в одиницях pH і мілівольтах (мВ).

Ліворуч від показчика є контрольна лампочка, яка сигналізує про те, що pH-метр увімкнений. Прилад вмикається за допомогою тумблера. В середній частині передньої панелі встановлені два перемикачі, які призначені для вмикання pH-метра на потрібні межі вимірювання і вид роботи.

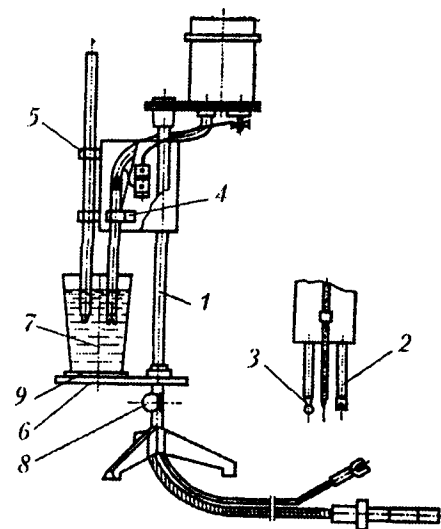
Перемикач призначений для вмикання меж вимірювання 200+/-1400 мВ і + 200+/-1400 мВ. При вимірюванні pH перемикач встановлюють у середнє положення.

Межі вимірювання pH установлюються перемикачем.

Праворуч на передній панелі приладу нанесено шкалу температури від 0 до 100 °С з ціною поділки 2 °С і ручкою ручної температурної компенсації.

Ліворуч знаходиться гніздо для вмикання штекера.

Будова лабораторного датчика ЛД-01 (мал. 23). Датчик призначений для закріплення електродів і встановлення посудини з досліджуванним розчином при вимірюванні величини pH.



Мал. 23. Схема будови лабораторного датчика ЛД-01:

1 — штатив; 2 — допоміжний електрод; 3 — скляний вимірювальний електрод; 4 — затискач; 5 — ртутний термометр; 6 — обертальний столик; 7 — склянка з досліджуваною рідиною; 8 — стопор; 9 — килимок

Усі елементи датчика зібрані на настільному вертикальному штативі (1). У верхній частині штатива встановлено проточний допоміжний електрод (2). Наконечник цього електрода і скляний вимірювальний електрод (3) кріпляться до кронштейна за допомогою затискачів (4). Паралельно з електродами за допомогою лапок кріпиться ртутний термометр (5).

Під електродами на штативі закріплюється обертальний столик (6), на який кладуть у склянку з досліджуваною рідиною (7). За допомогою стопора (8) столик можна встановити на потрібній висоті. Столик можна повертати на кут 90° праворуч і фіксувати в будь-якому положенні. Круглий гумовий килимок (9) можна знімати зі столика для промивання.

Датчик підключається до приладу штекером, який вставляють у гніздо з написом "Датчик" на передній панелі приладу.

Техніка роботи з приладом ЛПУ-01

Підготовка приладу до роботи

1. Установити стрілку на нульову (початкову) позначку шкали, повертаючи викруткою коректор нуля.
2. Установити перемикачі “Види робіт” і “Межі вимірювання” в положення рН 2 і “-2 ÷ +14”.
3. Відрегулювати висоту встановлення скляного електрода і наконечника допоміжного електрода так, щоб вони при вимірюванні занурювались у розчин на 20—40 мм і виступали з екрана на 40—80 мм.
4. Установити ртутний термометр, який занурюють у досліджуваній розчин разом з електродами.
5. Відрегулювати положення столика під електродами. При закріпленні опори слід звернути увагу на те, щоб столик, відведений у крайнє праве положення, був під електродами і повертався ліворуч на 90°.
6. Щоб занурити електроди в розчин, необхідно лівою рукою відвести столик ліворуч на 90°; взяти склянку з розчином у праву руку і підставити її під електроди; лівою рукою повернути столик під електроди; поставити склянку на столик.
7. Установити столик зі склянкою на такій висоті, щоб занурити в нього електроди і ртутний термометр на 20—40 мм.
8. Увімкнути прилад у мережу на 220 В за допомогою шнура.
9. Увімкнути прилад за допомогою тумблера на передній панелі приладу, встановивши його в положення “увімкнено”. При цьому на панелі приладу загоряється червона лампочка.

Перевірка роботи приладу за буферними розчинами

Перевіряють роботу приладу за допомогою стандартних буферних розчинів, які випускають спеціально з цією метою. Реактиви мають помітку “Для рН-метрії”, їх випускають у вигляді фіксалів, розрахованих на приготування 1 л буферного розчину.

Перевірка повинна проводитись за стандартними буферними розчинами 1,68 рН (0,05 М розчин оксалату калію), 4,00 рН (0,05 М розчин калію гідрофталату) і 9,22 рН (0,01 М розчин натрію тетраборату) за температури 20 °С.

Крім стандартних розчинів, можна користуватись 0,1 н. розчином соляної кислоти, виготовленим з фіксаналу.

Відлік показань приладу

При встановленні покажчика меж вимірювання в положення “-2÷+14” відлік беруть за нижньою шкалою покажчика, пронумерованого в одиницях рН від 2 до 14.

При роботі у вузьких діапазонах вимірювання 4 одиниці рН діляться на всю шкалу. Рекомендується таке правило відліку показників:

Вимірювальна величина рН	=	Початкове значення рН для даного діапазону (нижня межа вимірювання)	+	Показник, відрахований по верхній шкалі покажчика
--------------------------	---	---	---	---

Перевірка показань приладу

1. Увімкнути прилад для прогрівання за 30 хв до початку роботи.
2. Електроди перед зануренням у буферний розчин необхідно ретельно промити дистильованою водою. Дистильовану воду налити в склянку і занурити в неї електроди і термометр. Цю маніпуляцію повторити декілька разів. Надлишок води видалити з електродів фільтрувальним папером.
3. Електроди і ртутний термометр помістити в стандартний буферний розчин з рН 4,00.
4. Перемикачем “Межі вимірювання” увімкнути прилад на межі (2—6), в діапазоні яких лежить рН даного розчину.
5. Установити стрілку температурного коректора навпроти від позначки, яка відповідає температурі буферного розчину.
6. Ручкою “Налагодження за буферним розчином” установити стрілку вказаного приладу на позначці 4,00 рН за шкалою приладу.
7. Перевірити показання приладу за стандартними буферними розчинами 1,68 рН (у діапазоні вимірювання -2÷+2), 4,00 рН (у діапазоні вимірювання -2÷+6) і 9,22 рН (у діапазоні вимірювання -6÷+10).
8. Перевірити показання приладу за тими самими буферними розчинами в діапазоні вимірювання -2÷+14 рН.

Вимірювання рН розчинів

1. Перед тим як вимірювати рН досліджуваних розчинів, необхідно перевірити прилад за стандартними буферними розчинами. Якщо рН досліджуваних розчинів змінюється в невеликих межах, то достатня перевірка за одним із стандартних буферних розчинів. Рекомендується використовувати буферний розчин, величина рН якого лежить у тому самому діапазоні вимірювання, що й значення рН досліджуваного розчину.

2. Перш ніж занурити електроди в контрольний розчин, їх необхідно ретельно промити дистильованою водою, надлишок води видалити фільтрувальним папером.

3. У хімічно чисту суху склянку налити досліджуваний розчин.

4. Занурити в досліджуваний розчин електроди і термометр.

5. Установити стрілку температурного коректора навпроти позначки, яка відповідає температурі досліджуваного розчину. Межі вимірювання були встановлені раніше під час перевірки роботи приладу за буферним розчином, величина рН якого лежить у тому самому діапазоні вимірювання.

6. Відлік величини рН досліджуваного розчину беруть за шкалою показового приладу. Час установлення показів не перевищує 1 хв.

Правила роботи з приладом ЛПУ-01

1. При експлуатації приладу не слід допускати висихання скляного електрода, оскільки це може призвести до зміни його характеристик. Поза роботою приладу скляний електрод постійно повинен бути у склянці з дистильованою водою.

2. Допоміжний електрод періодично поповнюються насиченим при кімнатній температурі розчином хлориду калію.

3. Недопустиме довготривале перебування електродів у концентрованих кислотах і лугах.

4. Якщо на електродах утворилися плівки, їх можна ліквідувати органічними розчинниками, кислотами або лугами. Після цього електроди слід дуже ретельно промити водою, а показання приладу повинні бути перевірені хоча б в одному з буферних розчинів.

5. Після закінчення роботи з приладом електроди занурюють у воду.

АЛГОРИТМ № 30

Вимірювання рН розчинів

1. Увімкніть прилад для прогрівання за 30 хв до початку роботи.

2. Перевірте прилад за стандартними буферними розчинами. Якщо рН досліджуваних розчинів змінюється в невеликих межах, то достатньо перевірки за одним стандартним розчином.

3. Застосуйте буферний розчин, величина рН якого лежить у тому самому діапазоні вимірювання, що й значення рН досліджуваного розчину.

4. Ретельно промийте електроди дистильованою водою, краплі води витріть фільтрувальним папером.

5. Помістіть електроди в розчин.

6. Налийте досліджуваний розчин у хімічно чисту суху склянку.

7. Опустіть електроди і термометр у досліджуваний розчин.

8. Установіть покажчик температурного коректора за температурою досліджуваного розчину.

9. Візьміть відлік величини рН досліджуваного розчину за шкалою приладу (час установлення показів близько 1 хв).

10. Запишіть результати аналізу в робочий журнал.

Питання для самоконтролю

1. Будова рН-метра.

2. На чому базується дія рН-метра?

3. Що називається електрорушійною силою?

4. Яка залежність між ЕРС електродної системи і рН досліджуваного розчину?

5. Як підготувати прилад до роботи?

6. Що називають буферним розчином? Які його властивості?

7. Що називають фіксаналом?

8. Для чого разом з електродами в досліджуваний розчин опускають термометр?

9. Як вимірюють рН розчин?

10. Як зняти показники приладу?

РЕФРАКТОМЕТРІЯ

Матеріальне забезпечення
Рефрактометр.

Навчальна мета

Знати

1. Рефрактометричний метод аналізу.
2. Будову рефрактометра.
3. Техніку роботи з рефрактометром.

Уміти

1. Визначати оптичну густину розчину рефрактометрично.

План проведення заняття

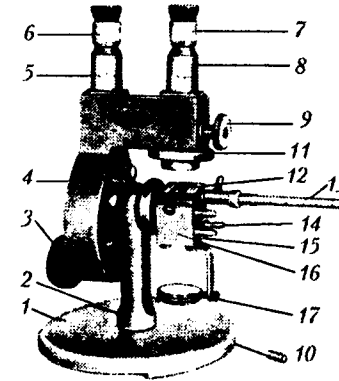
1. Рефрактометр, його будова.
2. Визначення оптичної густини розчинів рефрактометрично.

Теоретичні відомості

Рефрактометр

Рефрактометрія — визначення концентрації речовини способом вимірювання кута заломлення в ньому світлового променя. Величина кута заломлення перебуває в прямо пропорційній залежності від оптичної густини середовища.

Вимірювання проводять рефрактометром. Прилад РДУ (рефрактометр димерсійний універсальний) складається з оптичної і механічної частин (мал. 24).



Мал. 24. Будова рефрактометра:

1 — основа приладу; 2 — закріплений стоек; 3 — гвинт; 4 — відліковий барабан; 5 — лупа; 6, 7 — окуляри; 8 — тубус; 9 — гвинт для усунення хроматичної аберації; 10 — гвинт; 11 — оптична головка приладу; 12 — столик; 13 — термометр; 14, 15 — відводи; 16 — камера; 17 — дзеркало

Механічна частина. На основі приладу (1) закріплений стоек (2), через який проходить вісь. На осі кріпиться камера (16) із заломлюючими призмами і відліковим барабаном (4) з гвинтом (3), при повертанні якого одночасно повертаються камера і відліковий барабан.

Відліковий барабан має дві шкали: ліва показує коефіцієнт заломлення розчину, права — відсотковий вміст цукрози. Нуль за шкалою цукрози відповідає коефіцієнту заломлення дистильованої води — 1,333.

На бічній поверхні камери є чотири відводи (14, 15). Один з них призначений для термометра (13), інші — для гумових трубок, які з'єднують внутрішні канали камери з приладом, що пропускає через них воду певної температури для підтримання в камері постійної температури (20 °С). Над відліковим барабаном і камерою розташована оптична головка приладу (11).

Оптична частина. У нижній частині приладу є дзеркало (17), над ним — освітлювальна і вимірювальна призми, закріплені в камері (16). Освітлювальна призма має матову поверхню. Вище, в оптичній головці приладу, розташований об'єктив, над яким піднімається тубус (8) з окуляром (7). Другий окуляр — лупа (5) — розміщений над шкалою відлікового барабана і призначений для її збільшення. Праворуч на оптичній головці знаходиться гвинт для усунення хроматичної аберації (9) (розклад білого променя світла на кольорові промені спектра).

Техніка роботи з рефрактометром

Підготовка до роботи. Прилад нахиляють вперед від себе до кінця. Відкривають камеру. Гвинтом відлікового барабана вимірювальну призму встановлюють у горизонтальне положення. На її поверхню наносять 2—3 краплі дистильованої води (*не доторкайтесь піпеткою до поверхні призми, щоб не пошкодити її!*). Камеру зачиняють.

Переводять прилад у початкове положення. Ставлять шкалу відлікового барабана на нуль за цукрозою, що відповідає коефіцієнту заломлення дистильованої води. Дзеркалом направляють світло на освітлювальну призму. У полі зору окуляра (праворуч) видно лінію світлотіні. За наявності хроматичної аберації її усувають гвинтом, який розташований праворуч на оптичній головці. Якщо прилад справний, то лінія світлотіні проходить через центр поля зору.

Визначення оптичної густини. М'якою тканиною, яка не залишає ворсинок, з вимірювальної призми витирають дистильовану воду і наносять на призму 2—3 краплі досліджуваної речовини.

Установлюють шкалу відлікового барабана знову на нуль за цукрозою. Лінія світлотіні в полі зору окуляра розміщується нижче від його центру. Контролюючи оком, повертають гвинт відлікового барабана до тих пір, поки лінія світлотіні не пройде через центр. Показання приладу знімають за будь-якою шкалою і за таблицею переводять на кількість досліджуваної речовини.

Догляд за приладом. Протерти призми м'якою вологою тканиною, яка не залишає ворсинок. Висушити їх на повітрі. Вкласти між призмами смужку фільтрувального паперу. Камеру закрити.

АЛГОРИТМ № 31

Техніка визначення оптичної густини розчинів рефрактометрично

1. Нахиліть рефрактометр уперед від себе до відказу. Відчиніть камеру.
2. Установіть в горизонтальному положенні вимірювальну призму гвинтом відлікового барабана.
3. Нанесіть на поверхню призми 2—3 краплі дистильованої води, не торкаючись піпеткою поверхні призми.
4. Закрийте камеру.
5. Переведіть прилад у початкове положення.
6. Наведіть шкалу відлікового барабана на нуль по цукрозі, що відповідає коефіцієнту заломлення дистильованої води.
7. Спрямуйте дзеркалом світло на освітлювальну призму. В полі зору окуляра видно лінії світлотіні.
8. Ліквідуйте гвинтом, розміщеним праворуч на оптичній головці, хроматичну аберацію. Якщо прилад справний, лінія світлотіні проходить через центр поля зору.
9. Витріть дистильовану воду з вимірювальної призми тканиною, яка не залишає ворсинок.
10. Нанесіть на призму 2—3 краплі досліджуваного розчину.
11. Установіть шкалу відлікового барабана на нуль за цукрозою так, щоб лінія світлотіні в полі зору окуляра була нижче від центра.
12. Повертайте гвинт відлікового барабана (контролюючи оком) доти, поки лінія світлотіні не пройде через центр.
13. Зніміть показання приладу за шкалою.
14. Обчисліть кількість речовини, користуючись таблицею.
15. Протріть призми спочатку м'якою вологою тканиною, потім сухою тканиною, яка не залишає ворсинок.
16. Висушіть призми на повітрі.
17. Вкладіть між призмами смужку фільтрувального паперу.
18. Закрийте камеру.

Питання для самоконтролю

1. Що таке рефрактометрія?
2. Чому освітлювальна призма має матову поверхню?

3. Де кладуть досліджувану речовину?
4. Який коефіцієнт заломлення дистильованої води?
5. Який вид поля зору приладу при заломленні світла в дистильованій воді?
6. Як перевіряють правильність роботи приладу?
7. Яка залежність між коефіцієнтом заломлення та концентрацією досліджуваної речовини?

ФОТОЕЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРІЯ

Матеріальне забезпечення

Фотоелектроколориметр, досліджувані розчини.

Навчальна мета

Знати

1. Фотоелектроколориметричний метод аналізу.
2. Будову фотоелектроколориметра.
3. Принцип роботи фотоелектроколориметра.

Уміти

1. Підготувати прилад до роботи.
2. Визначати концентрацію розчину за допомогою фотоелектроколориметра.

План проведення заняття

1. Фотоелектроколориметричний метод аналізу, його суть.
2. Будова приладу ФЕК-56 М.
3. Визначення концентрації розчину фотоелектроколориметрично.

Теоретичні відомості

Фотоелектроколориметрія

Фотоелектроколориметрія — визначення концентрації речовини в розчині за зміною сили струму в фотоелементі при попаданні на нього променя світла, який пройшов через досліджуваний розчин.

При проходженні світлового потоку через забарвлену прозору рідину частина світла поглинається. Ступінь поглинання світла (коефіцієнт екстинкції) у багатьох випадках прямо пропорційний інтенсивності забарвлення розчину. Забарвлення розчину залежить від концентрації в ньому розчиненої речовини: чим більша концентрація, тим інтенсивніше забарвлення і тим більше світла поглинає розчин. Ступінь світлопоглинання визначають у фотоелектроколориметрі (ФЕК). Для цього порівнюють інтенсивність світла, що пройшло через досліджуваний забарвлений розчин, і світла, що пройшло через контрольну рідину — безбарвний розчинник досліджуваної речовини. За ступенем світлопоглинання визначають вміст речовини в розчині.

Для добування точних об'єктивних даних про інтенсивність світла в прилад вводять фотоелемент. Фотоелемент перетворює світлове випромінювання на електричний струм. При попаданні світла на деякі світлочутливі речовини (селен, цезій) енергія світлових квантів передається електронам цієї речовини, які починають рухатися в одному напрямку. Якщо пластинки фотоелемента сполучити провідником, то в ньому виникає потік електронів, тобто електричний струм, силу якого можна виміряти мікроамперметром.

Сила струму пропорційна світловому потоку, що падає на фотоелемент. Якщо на шляху світлового потоку кладуть кювету з розчином, який поглинає або розсіює світло, то на фотоелемент падає менше променів. Сила струму в ланцюгу зменшується, на що вказує відхилення стрілки амперметра. За зміною сили струму можна визначити концентрацію досліджуваної сполуки.

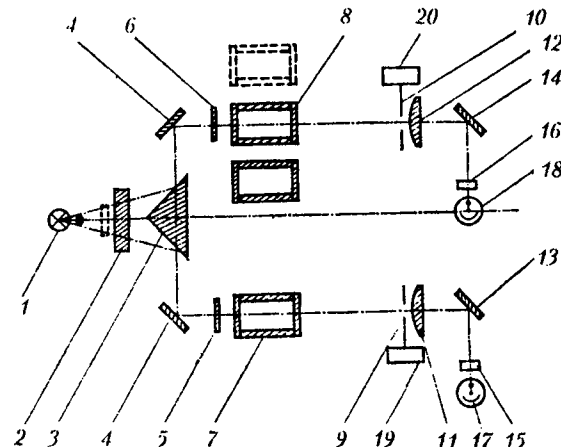
На вимірюванні світлопоглинання ґрунтується визначення концентрації прозорих забарвлених розчинів, тобто фотоелектроколориметрія. Описаний прилад дозволяє проводити і нефелометричні

визначення, тобто визначати концентрацію речовини в зависях та емульсіях за ступенем розсіювання ними світла.

Частинки зависі на шляху вузького бічного пучка світла відбивають світлові хвилі — розсіюють світло. Чим мутніша завись, тобто чим більша її концентрація, тим більше світла відбивається і тим менше воно проникає через завись і потрапляє на фотоелемент, і тим меншої сили струм виникає в фотоелементі. Між концентрацією речовини в зависі та силою фотоструму існує обернено пропорційна залежність.

Фотоелектроколориметр ФЕК 56-М

Оптична схема приладу ФЕК 56-М (мал. 25). Від джерела струму — лампи розжарювання (1) світловий потік спрямовується на призму (3), яка ділить його на два пучки і направляє на плоскі дзеркала (4). Дзеркала відбивають світло двома паралельними пучками: правий світловий пучок є вимірювальним, лівий — компенса-



Мал. 25. Оптична схема приладу ФЕК 56-М:

1 — лампа розжарювання; 2 — світлофільтр; 3 — призма; 4 — плоскі дзеркала; 5, 6 — кольорові світлофільтри; 7 — кювета з контрольним розчином; 8 — кювета з досліджуванним розчином; 9, 10 — розсувні діафрагми; 11, 12 — лінзи; 13, 14 — дзеркала; 15, 16 — матове скло; 17, 18 — фотоелементи; 19, 20 — відлікові барабани

Паралельні пучки світла проходять через світлофільтри і потрапляють у кювети з контрольним (7) і досліджуваним (8) розчинами. Тут частина світла поглинається або розсіюється. Пучки світла, що вийшли через кювети, проходять через розсувні діафрагми (9, 10) і потрапляють на лінзи (11, 12), у фокусі яких поміщені дзеркала (13, 14), які відбивають світло на матове скло (15, 16), за яким розміщені фотоелементи (17, 18).

Розсувні діафрагми при повертанні зв'язаних з ними відлікових барабанів (19, 20) змінюють площу отвору і цим самим змінюють інтенсивність світлового потоку, що падає на фотоелементи (17, 18).

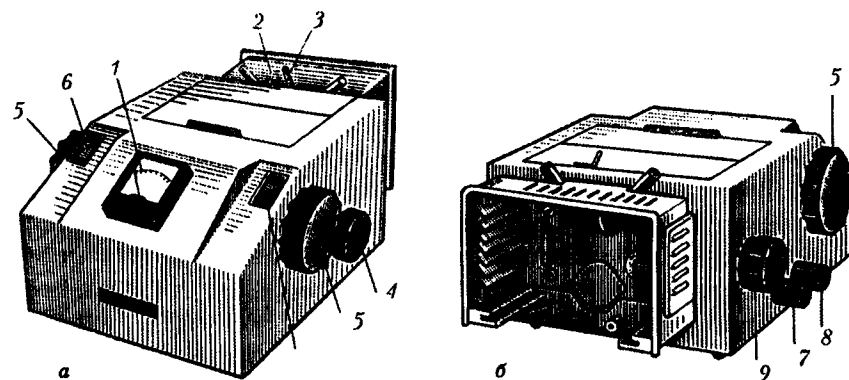
У фотоелементах виникає струм, сила якого пропорційна світловому потоку. Обидва фотоелементи сполучені з мікроамперметром таким чином, що при виникненні в них струму однакової сили стрілка мікроамперметра стоїть на нулю.

Будова приладу ФЕК-56 М (мал. 26). У корпусі приладу є освітлювач, оптична система, кюветотримачі, фотоелементи, електрична мережа з мікроамперметром. Корпус освітлювача (2) кріпиться до задньої стінки приладу. В ньому може бути встановлена лампа розжарювання або ртутно-кварцова. До освітлювальної частини приладу належать також призма, яка розділяє світловий потік на два промені, конденсори та дзеркала, які відображають світло двома паралельними променями.

Світлові промені перекриваються завісою, яка перегороджує шлях світла в напрямку фотоелемента. Відслоняється і заслоняється завіса ручкою (3). В оптичну частину приладу входять світлофільтри, лінзи, розсувні діафрагми. Дев'ять скляних світлофільтрів попарно вмонтовані в диск, закріплений на задній стінці корпусу приладу. Світлофільтри позначені номерами згідно з довжинами хвиль, які максимально пропускаються фільтром.

Для увімкнення світлофільтра в світловий промінь повертають диск ручкою (9). Цифри на шкалі показують, які світлофільтри увімкнені. Робочі положення кожного світлофільтра фіксуються.

Розсувні діафрагми складаються з декількох металевих пластинок, які утворюють прямокутник, бічні грані якого можуть пересуватися назустріч одна одній, зменшуючи ширину щілини від максимального відкриття до нуля. Цим регулюється світловий потік, який падає на фотоелементи. Бічні грані діафрагми приво-



Мал. 26. Будова приладу ФЕК-56 М:

а — вигляд спереду; *б* — вигляд ззаду. 1 — мікроамперметр; 2 — корпус освітлювача; 3 — ручка для закривання завіси; 4 — перемикач кювет; 5 — відліковий барабан; 6 — шкала відлікового барабана; 7 — ручка для встановлення нуля; 8 — ручка для регулювання чутливості мікроамперметра; 9 — перемикач світлофільтрів

дять в рух повертанням відлікових барабанів (5). На кожному барабані нанесено дві шкали (6). Чорна шкала (шкала світлопропускання) показує інтенсивність світлового потоку, який проходить через діафрагму. Ця інтенсивність пропорційна ширині щілини. Червона шкала показує оптичну густину речовини, або ступінь поглинання ним світла, між величиною якої і концентрацією речовини в забарвленому розчині існує прямо пропорційна залежність.

Шкала світлопропускання нанесена так, що 100 % світлопропускання відповідає максимальному відслоненню розсувної діафрагми, а 0 — повному її заслоненню. Нульова точка червоної шкали знаходиться на рівні позначки 100 % на чорній шкалі. Червона шкала нерівномірна.

У приладі є два кюветотримачі, які вставлені в каретки. У правому кюветотримачі встановлюють дві кювети. Кювети в правому світловому пучку переміщуються повертанням ручки (4). У лівому кюветотримачі є гніздо тільки для однієї кювети.

До приладу додається 4 набори кювет. Кожен з них складається із 7 пар кювет, у яких різні відстані між робочими гранями. Завдяки цьому можна досліджувати рідини в шарах різної товщини.

Закріплені в корпусі приладу два фотоеlementи пов'язані з мікроамперметром (1), який розміщений на передній його стінці. Регулюється мікроамперметр за допомогою ручки чутливості (8).

Прилад вмикають в електромережу через стабілізатор, який забезпечує постійність напруги струму, що живить джерело світла. У корпусі стабілізатора вмонтовано випрямляч струму, який знижується трансформатором. Тумблер для перемикання ламп (лампа розжарювання або ртутно-кварцова) виведений з корпусу праворуч. На передній стінці корпусу знаходиться вимикач напруги електромережі.

Техніка роботи з приладом ФЕК 56-М

Підготовка приладу до роботи

1. Увімкнути прилад за 25—30 хв до початку роботи. Система повинна прогрітись, оскільки протягом першої години після вмикання показання приладу недостатньо точні і постійні. Вмикають прилад за допомогою ручки на стабілізаторі.

2. Завіса повинна бути заслоненою.

3. Обидва відлікові барабани (5) установити на нуль за червоною шкалою (100 % за шкалою світлопропускання — діафрагми повністю відкриті).

4. Установити “електричний нуль” приладу: ручкою (8) привести стрілку мікроамперметра до нуля (при заслоненій шторці).

5. Покласти потрібний для даного визначення світлофільтр.

6. Взяти три кювети однакової робочої довжини. Вибір кювет залежить від інтенсивності забарвлення розчину. Темніші розчини досліджують у шарі товщиною 1, 3, 5 мм, світліші — у шарі 10, 20, 30, 50 мм. Щоб отримати порівняльні результати досліджень за певною методикою, необхідно завжди користуватися кюветами однакової робочої довжини.

7. Дві кювети заповнити контрольним розчином (це розчин досліджуваної речовини), а одну — досліджуваним розчином або завіссю.

8. У лівий кюветотримач покласти кювету з контролем; у правий: в одне гніздо — кювету з досліджуваним розчином, у друге — кювету з контролем.

9. На початку дослідження праворуч на шляху світла має бути кювета з досліджуваним розчином.

Визначення оптичної густини досліджуваної речовини

1. Відслонити завісу (стрілка мікроамперметра відхилиться до нуля).

2. Повернути стрілку мікроамперметра до нуля, повертаючи лівий барабан від себе.

3. Завісу заслонити.

4. Ручкою кюветотримача (4) перемістити кювети в правому кюветотримачі так, щоб у променях світла праворуч опинилась кювета з контролем.

5. Відслонити завісу (стрілка мікроамперметра знову відхилиться від нульового положення).

6. Повернути стрілку мікроамперметра до нуля, обертаючи правий відліковий барабан від себе.

7. Завісу заслонити.

8. Взяти показання приладу за червоною шкалою (екстинкції) правого відлікового барабана.

9. Перевести показання приладу в кількість досліджуваної речовини за таблицею, за калібрувальною кривою або за допомогою перевідного коефіцієнта.

Правила роботи з приладом

Усі оптичні деталі приладу, а також лампочки слід оберігати від запилення. З таких оптичних деталей, як світлофільтри, лінзи, дзеркала, слід витирати пил м'якою ганчіркою, яка не залишає ворсинок. Осідання пилу призводить до зниження чутливості приладу. До втрати чутливості приладу призводить і неакуратна робота з леткими рідинами, оскільки на оптичних деталях з'являється наліт, видалити який можна лише розібравши прилад. Щоб запобігти забрудненню, а також випадковому потраплянню рідини всередину, рекомендується кювети завжди накривати кришками.

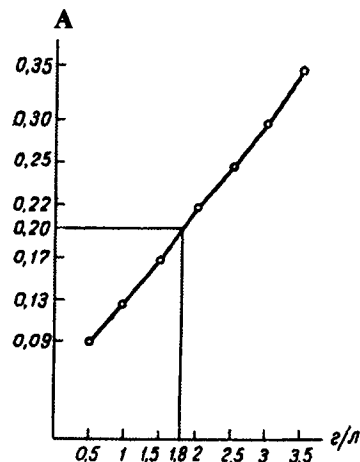
Побудова калібрувального графіка

Щоб визначити концентрацію речовини в розчині або в зависі, необхідно побудувати калібрувальну криву (мал. 27). Для цього на горизонтальній осі координат відкладають різні концентрації розчинів досліджуваної речовини, а на вертикальній — показання червоної шкали фотометра — екстинкцію. Готують декілька розчинів речовини різної концентрації і визначають їх екстинкцію. З позначок на горизонтальній осі, які відповідають приготовленим концентраціям, установлюють перпендикуляри. З позначок на вертикальній осі, які відповідають отриманим показанням екстинкції, проводять горизонтальні лінії до перетину їх з перпендикулярами. Отримані в місцях перетину цих ліній точки сполучають між собою. Якщо розчини були приготовлені точно, побудована лінія близька до прямої.

У подальшому, отримуючи показання екстинкції, знаходять відповідну йому точку на вертикальній осі і проводять горизонталь до перетину з лінією графіка. З цієї точки опускають перпендикуляр на горизонтальну вісь, за якою визначають концентрацію речовини, що відповідає даній екстинкції. Наприклад, за наведеним графіком показання екстинкції 0,20 відповідає концентрації речовини 1,8 г/л (див. мал. 27).

Для кожної речовини потрібно будувати свій графік. При цьому завжди необхідно користуватись кюветою з однаковою робочою довжиною і визначення проводити з одним і тим самим світлофільтром.

Калібрувальну криву потрібно періодично перевіряти, оскільки чутливість фотоелемента з часом знижується.



Мал. 27. Калібрувальний графік залежності оптичної густини речовини від її концентрації

За допомогою розрахункового коефіцієнта можна також скласти таблицю, де вказати, яка кількість речовини відповідає кожному отриманому показнику екстинкції.

Закон Бугера—Ламберта—Бера встановлює залежність оптичної густини забарвленого розчину від концентрації речовини, товщини шару і молярного коефіцієнта поглинання ϵ :

$$A = \epsilon EC.$$

Концентрацію C виражають у молях на літр, товщину шару — в сантиметрах.

З математичного виразу закону Бугера—Ламберта—Бера видно, що змінними величинами є оптична густина розчину A , концентрація забарвленої сполуки C і товщина шару E .

АЛГОРИТМ № 32

Техніка роботи з приладом ФЕК-56 М

1. Увімкніть прилад на 25—30 хв в електричну мережу до початку роботи.
2. Заслоніть шторку.
3. Установіть на нуль обидва відлікові барабани за червоною шкалою.
4. Установіть електричний нуль приладу, рукояткою переведіть стрілку мікроамперметра до кінця (при заслоненій шторці).
5. Помістіть необхідний для даного визначення світлофільтр.
6. Візьміть 3 кювети однакової робочої довжини (вибір кювети залежить від інтенсивності забарвлення розчину).
7. Заповніть 2 кювети контрольним розчином (ним може бути розчинник досліджуваної речовини) і одну — досліджуваним розчином.
8. Покладіть кювету з контролем у лівий світлотримач; у правий: в одне гніздо — кювету з досліджуваним розчином, а в друге — кювету з контролем.
9. На початку роботи покладіть кювету з досліджуваною речовиною праворуч на шляху світла.

АЛГОРИТМ № 33**Техніка визначення оптичної густини досліджуваної речовини**

1. Відслоніть шторку, стрілка мікроамперметра відхилиться від нуля.
2. Поверніть стрілку мікроамперметра до нуля, повертаючи лівий відліковий барабан від себе.
3. Заслоніть шторку.
4. Перемістіть кювети в правому кюветотримачі ручкою кюветотримача так, щоб на шляху променів світла праворуч були кювети з контролем.
5. Відслоніть шторку; стрілка мікроамперметра знову відхилиться від нульового положення.
6. Поверніть стрілку мікроамперметра до нуля, повертаючи правий відліковий барабан від себе.
7. Заслоніть шторку.
8. Поверніть стрілку мікроамперметра до нуля, повертаючи правий відліковий барабан від себе.
9. Зніміть показання приладу за червоною шкалою (екстинкції) правого відлікового барабана.
10. Переведіть показання приладу в кількість досліджуваної речовини за таблицею, калібрувальною кривою або за допомогою перевідного коефіцієнта.

Питання для самоконтролю

1. Що називається фотоелектроколориметрією?
2. Який принцип дії фотоелектроколориметра?
3. Який зв'язок між інтенсивністю світлового потоку і силою струму, що виникає в фотоелементі?
4. На якому світловому явищі ґрунтується фотоелектроколориметрія?
5. Який зв'язок між концентрацією речовини в досліджуваному розчині (зависі) і силою фотоструму?
6. З яких основних частин складається ФЕК-56 М?
7. Для чого потрібен стабілізатор?
8. Що реєструє мікроамперметр?
9. Які світлофільтри є в приладі і яке їхнє призначення?
10. Що регулюють відлікові барабани?

11. Які дві шкали є на відлікових барабанах?
12. Чи можна починати визначення відразу після ввімкнення приладу?
13. У чому полягає підготовка приладу до роботи?
14. Чим керуються при виборі кювет?
15. Що відбувається в приладі, коли повертають відлікові барабани?
16. Чому стрілка амперметра відхиляється від нульового положення, якщо ліворуч у світловому пучку знаходиться контрольний розчин, а праворуч — розчин досліджуваної речовини?
17. Як визначити концентрацію речовини в розчині за показаннями екстинкції?
18. Чи придатний калібрувальний графік, побудований для визначення певної речовини, для визначення іншої речовини?
19. Чи придатний калібрувальний графік, побудований для певної речовини, для роботи з іншим фотоелектроколориметром?
20. Чому калібрувальні графіки потребують періодичної перевірки?

ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Матеріальне забезпечення

Спектрофотометр, полярограф, рефрактометр, фотоелектроколориметр, потенціометр.

Навчальна мета

Знати

1. Інструментальні методи аналізу.
2. Класифікацію інструментальних методів аналізу.
3. Чутливість інструментальних методів аналізу.
4. Аналітичні прилади.
5. Електрохімічні методи аналізу.
6. Оптичні методи аналізу.

Уміти

1. Працювати із сучасними приладами, що використовуються у фармацевтичній практиці.

План проведення заняття

1. Інструментальні методи аналізу та їх класифікація.
2. Ознайомлення з принципом роботи сучасних приладів.

Теоретичні відомості

Інструментальні методи аналізу

Інструментальні методи аналізу одержали назву завдяки застосуванню відповідних інструментів. За визначенням IUPAC (Міжнародного Союзу чистої й прикладної хімії), інструментом називають *пристрій, який використовують для спостереження певного об'єкта вимірювання або для повідомлення даних про його стан; пристрій заміняє дії людини, доповнює, облагороджує або збільшує її можливості.*

В інструментальних методах аналізу застосовують різного типу аналітичні прилади, призначені для проведення основних процедур аналізу, вимірювання фізичних і фізико-хімічних властивостей речовин, а також для реєстрації результатів. Чутливість аналізу може бути при цьому підвищена до дуже високих значень. Багато фізико-хімічних властивостей специфічні, що збільшує селективність аналізу. Інструментальні методи дають змогу автоматизувати процес аналізу.

У кількісному аналізі речовин інструментальні методи використовують:

- для безпосереднього визначення аналізованих речовин;
- для визначення точки еквівалентності під час титрування.

Визначення кількості речовини за її фізичними властивостями. Концентрація речовин у розчині у відомих межах пов'язана з певними фізичними властивостями. Цю залежність широко використовують під час визначення концентрації речовин, вимірюючи відповідні фізичні властивості (кут заломлення, оптичне поглинання, електричну провідність розчинів речовин тощо).

Визначення точки еквівалентності в титриметричних методах аналізу за зміною фізичних властивостей розчину. Точка еквівалентності застосовується за відсутності стрибка титрування, інтенсивного забарвлення розчинів, що виключає застосування індикаторів. У таких випадках заміряють певні фізичні властивості розчину, що титрується. У процесі титрування знижується концентрація речовини, яку титрують, що веде до зміни відповідних фізичних властивостей. На графіках залежності властивості від об'єму

титранта в точці еквівалентності спостерігається перегин. Найчастіше використовують потенціометричне, кондуктометричне, фотометричне та амперометричне титрування.

Класифікація інструментальних методів

Інструментальні методи класифікують відповідно до властивостей речовин, які використовують для вимірювань. Розрізняють такі групи інструментальних методів аналізу:

- 1) електрометричні (вимірюють електричні параметри розчинів речовин);
- 2) оптичні (вимірюють оптичні властивості речовин та їхніх розчинів);
- 3) радіометричні (визначають кількість речовин за радіоактивністю або за допомогою радіоактивних індикаторів);
- 4) хроматографічні (використовують хроматографію в комбінації з детекторами розділених речовин);
- 5) мас-спектральні (вимірюють маси йонізованих осколків молекул речовин);
- 6) ультразвукові (використовують залежність швидкості ультразвуку в розчинах від концентрації речовин);
- 7) термічні методи (вимірюють теплові ефекти, що супроводжують нагрівання, висушування, титрування речовин).

Крім цих, розроблено багато інших інструментальних методів аналізу.

Чутливість і селективність інструментальних методів аналізу

Чутливість методу залежить від таких факторів:

- *інтенсивності* фізичної властивості, яку вимірюють;
- *чутливості* детекторів сигналу в приладі для інструментального аналізу.

Властивостями малої інтенсивності є, наприклад, заломлення світлового променя, обертання площини поляризації світла тощо.

Високу інтенсивність можуть мати (залежно від типу речовин) поглинання світла розчинами речовин, лінії в емісійному спектрі елементів, флюоресценція, радіоактивність і ряд інших властиво-

стей. У таблиці 2 наведено дані щодо чутливості деяких інструментальних методів аналізу.

Таблиця 2. Чутливість деяких інструментальних методів аналізу

Метод	Межа виявлення, г	Метод	Межа виявлення, г
Фотометрія	$1 \cdot 10^{-6}$	Газова хроматографія	$1 \cdot 10^{-11}$
Флюорометрія	$1 \cdot 10^{-10}$	Радіоізотопний аналіз	$1 \cdot 10^{-16}$
Полярографія	$1 \cdot 10^{-8}$	Мас-спектрометрія	$1 \cdot 10^{-12}$
Емісійний спектральний аналіз	$1 \cdot 10^{-10}$	Кулонометрія	$1 \cdot 10^{-10}$
Атомно-абсорбційний спектральний аналіз	$1 \cdot 10^{-10}$	Кінетичний аналіз	$1 \cdot 10^{-11}$

Важливою перевагою багатьох інструментальних методів є їхня висока вибірність — *селективність*. Високий ступінь селективності властивий методам, що ґрунтуються на характерних властивостях молекул, функціональних груп, атомів. Такими характерними властивостями, наприклад, можуть бути:

- спектри випромінювання (емісійні спектри);
- спектри поглинання випромінювання (абсорбційні спектри);
- радіоактивність;
- здатність до електрохімічного відновлення або окиснення.

Наприклад, за лініями емісійного спектра виявляють і визначають практично всі хімічні елементи, якщо вони всі наявні в даному спектрі.

Правильність і відтворюваність інструментальних методів аналізу

Правильність інструментальних методів аналізу залежить від точності калібрування приладів, а також від того, наскільки та чи інша фізична властивість адекватно відображає кількісний вміст відповідного компонента в суміші. Тому перш ніж здійснити інстру-

ментальний аналіз, калібрують аналітичні прилади і виявляють залежність фізичної властивості речовини від її хімічного складу.

На відтворюваність інструментальних методів, крім загальних причин (точність вимірювання, зважування тощо), впливає стабільність роботи аналітичного приладу.

Різні інструментальні методи істотно відрізняються за точністю. Найвищу точність (до 0,001 %) має кулонометрія. Точність у межах 2—5 % властива для більшості прямих інструментальних методів. Інструментальне титрування за своєю точністю наближається до хімічного титрування (0,1 %).

Аналітичні прилади

Аналітичні прилади за функціональним призначенням поділяють на дві групи:

- підготовчі прилади;
- вимірювальні прилади.

Для підготовки зразка до проведення аналізу (відбору проб, зважування, приготування розчинів, фільтрування, відмірювання певних об'ємів розчинів) використовують прилади підготовчого типу. Це дозатори, терези, пристрої для екстракції, перегонки, фільтрування тощо. Прилади підготовчого типу в інструментальних методах аналізу принципово не відрізняються від тих приладів, які застосовують у хімічних методах аналізу.

Аналітичні прилади вимірювального типу призначені для вимірювань відповідних фізичних властивостей, які залежать від кількості речовини, її концентрації або іншого параметра. У хімічному кількісному аналізі такими вимірювальними приладами є бюретки (у титриметричному аналізі) та аналітичні терези (у гравіметричному аналізі). Аналітичні прилади інструментальних методів призначені для вимірювання певних фізичних властивостей речовин або їхніх розчинів. Результати вимірювань спостерігають візуально (за шкалою приладу) або прилад автоматично реєструє їх. Тому за способом реєстрації аналітичні прилади поділяють на дві групи:

- реєструвальні прилади (ІЧ-спектрофотометри, деякі марки полярографів, ЯМР-спектрометри, ЕПР-спектрометри, які вида-

ють результати вимірювань у вигляді спектрограм або полярограм на стрічці самописного потенціометра);

- *нереєструвальні прилади.* До них належать рефрактометри, поляриметри, фотоколориметри, відлік показань яких роблять візуально за шкалою вимірювального барабана.

Електрохімічні методи

Електрохімічні методи аналізу ґрунтуються на використанні залежності електричних параметрів (сили струму, напруги, рівноважних електродних потенціалів, електропровідності, кількості електрики) від концентрації аналізованої речовини в розчині. Відповідно до рекомендацій ІЮПАК (Міжнародного союзу чистої й прикладної хімії) електрохімічні методи аналізу поділяють на два види:

- *методи без протікання електрохімічних реакцій на електродах електрохімічної комірки (кондуктометрія за низьких і високих частот);*
- *методи з протіканням електрохімічних реакцій на електродах електрохімічної комірки у відсутності зовнішнього струму (потенціометричні методи аналізу) і під дією електричного струму (кулонометрія, вольтамперометрія).*

Усі названі електрохімічні методи застосовують у ході аналізу й дослідження лікарських речовин. Важлива їх особливість — можливість використання в широкому інтервалі концентрації (від $1 \cdot 10^{-1}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л), простота автоматизації процесу аналізу.

Зупинимось на загальних відомостях про найважливіші електрохімічні методи.

- *Кондуктометрія* ґрунтується на вимірюванні електропровідності аналізованих розчинів, яка змінюється внаслідок хімічних реакцій.

- *Потенціометрія* побудована на вимірюванні потенціалу електрода, зануреного в аналізований розчин. Потенціал електрода залежить від концентрації відповідних йонів у розчині за інших постійних умов вимірювання. Потенціали вимірюють за допомогою спеціальних приладів — потенціометрів.

- *Електрогравіметричний аналіз* ґрунтується на виділенні з розчинів електролітів певних речовин, які осаджуються на електродах при проходженні через розчин постійного електричного струму. Речовину, що виділилася в процесі електролізу (наприклад, метал — мідь), зважують і за масою осаду розраховують вміст речовини в розчині. Різновидом електрогравіметричного аналізу є *метод внутрішнього електролізу*, що ґрунтується на використанні електричного струму гальванічної пари, наприклад Zn і Pt, яку занурюють в аналізований розчин. Речовину, що виділилася на електродах, зважують, а потім обчислюють вміст речовини в розчині.

- *Полярографія* полягає у вимірюванні сили струму, який змінюється залежно від напруги в процесі електролізу, в умовах, коли один з електродів має дуже малу поверхню. При полярографічних вимірюваннях таким електродом із дуже малою поверхнею є краплі ртуті, що витікають з дуже тонкого отвору капілярної трубки, а також платиновий (обертвий), графітовий, срібний та інші електроди.

- *Кулонометрія* ґрунтується на вимірюванні кількості електрики, витраченої на електроліз аналізованої кількості речовини. В основі цього методу лежить закон Фарадея.

- З наведеними електрохімічними методами аналізу тісно пов'язані методи *амперометричного та високочастотного титрування*.

Оптичні методи аналізу.

Класифікація оптичних методів аналізу

Оптичні методи ґрунтуються на вимірюванні ефектів взаємодії речовин з електромагнітними хвилями оптичного діапазону. До оптичного діапазону відносять область електромагнітних хвиль, довжина яких (λ) становить 100—100 000 нм. Часто замість довжини хвилі λ використовують її частоту. У деяких випадках використовують хвильове число. Тоді оптичний діапазон, виражений у см^{-1} , має інтервал від 105 до 102 см^{-1} . Оптичний діапазон розділяють на такі області:

- ультрафіолетову (УФ), 100—380 нм;
- видиму (В), 380—760 нм;
- інфрачервону (ІЧ), 760—100 000 нм, або 13 300 см^{-1} — 100 см^{-1}).

Взаємодія електромагнітних хвиль з речовиною може бути різною. За типом взаємодії методи оптичного аналізу можна класифікувати так.

1. Методи, пов'язані з явищами поляризації молекул речовини:

- рефрактометрія;
- інтерферометрія;
- поляриметрія.

2. Методи, що полягають у вимірюванні поглинання речовиною світлового випромінювання, — *абсорбційні методи*. Поглинати світло можуть молекули та йони речовин. До таких молекулярно-абсорбційних методів відносять *колориметрію, фотоколориметрію та спектрофотометрію*. На поглинанні світла атомами ґрунтуються *атомно-абсорбційні методи*.

3. Методи, що ґрунтуються на вимірюванні інтенсивності світла, яке випромінюється речовиною, — *емісійні методи*. До молекулярно-емісійних методів відносять флюорометрію, до атомно-емісійних — емісійний спектральний аналіз і полуменеву фотометрію.

4. Методи, що ґрунтуються на вимірюванні інтенсивності світла, яке розсіюється або пропускається *суспензією* речовини, — *нефелометрія, турбідиметрія* і, відповідно, *фотонепелометрія та фототурбідиметрія*.

Крім наведеної, часто користуються класифікацією, побудованою на способі спостереження (реєстрації), використаному в даному оптичному методі:

- візуальні методи;
- фотоелектричні методи.

Візуальні методи (рефрактометрія, поляриметрія, інтерферометрія, колориметрія, нефелометрія, турбідиметрія) передбачають реєстрацію вимірювання за допомогою ока. Прилади візуального типу влаштовані дуже просто, вони дешеві й доступні.

У *фотоелектричних* методах реєструють випромінювання фотоелементами. Методи цього типу називають відповідним терміном із префіксом “фото”: фотоколориметра, фотонепелометрія,

фототурбідиметрія, спектрофотометрія тощо. Прилади фотоелектричного типу складні за конструкцією і порівняно дорогі.

Для проведення вимірювань в оптичних методах аналізу використовують спеціальні прилади. Практично будь-який прилад оптичного аналізу складається з таких пристроїв та блоків:

- блока живлення приладу зі стабілізатором живлення;
- джерела випромінювання;
- фокусуючого пристрою та селектора (перетворювача) випромінювання;
- кювет або інших пристосувань для розміщення розчинів речовин;
- детектора випромінювання;
- підсилювача сигналу детектора;
- блоку, який містить пристрої для спостереження результатів або запису результатів вимірювань.

Як джерело випромінювання в оптичних методах використовують полум'я пальника, вольтову дугу, а також лампи: розжарювання, що дають світлове випромінювання 320—1090 нм, натрієві — 589 нм; водневі й дейтерієві, заповнені воднем або дейтерієм, — 180—320 нм; ртутно-кварцові 200—500 нм. Фокусуючою конструкцією є конденсор.

Селектори випромінювання в оптичних методах аналізу різні за характером дії. Призма рефрактометра переломлює світловий промінь; призма Ніколя в поляриметри виділяє зі світлового поляризований промінь; світлофільтр у фотоколориметрі й флюорометрі пропускає тільки певну частину світлового випромінювання; призма або дифракційна решітка у спектрофотометрі розкладає світловий промінь у *спектр*.

Детектором у ряді простих приладів є око спостерігача (у фотоколориметрах). У складних сучасних спектрофотометрах для видимої області спектра та УФ-області використовують фотоелементи; у спектрофотометрах ІЧ-області — болометри й термоелементи. Фотоелементи в оптичних приладах застосовують двох типів — напівпровідникові та вакуумні.

У фотоелементах під дією світлового випромінювання виникає електричний струм.

Болометр являє собою термоопір, що змінює свій електричний опір під дією теплового випромінювання. У термоелементах під дією теплоти виникає електричний струм.

Від детектора електричний сигнал подається в підсилювач, де підсилюється й надходить у пристрій для реєстрації результатів вимірювань.

Реєстраторами можуть бути мікроамперметр, вольтметр або інший реєструвальний прилад. Електричний сигнал може бути поданий на самописець, що автоматично позначає на паперовій стрічці рівень сигналу. Можна використовувати осцилограф, на екрані якого спостерігають форму сигналу або вимірюють величину сигналу.

Питання для самоконтролю

1. Класифікація інструментальних методів аналізу.
2. Від чого залежить чутливість і селективність інструментальних методів аналізу?
3. Які аналітичні прилади застосовують в інструментальних методах аналізу? Принципи роботи їх.
4. Класифікація електрохімічних методів, їхня сутність.
5. Класифікація оптичних методів аналізу, їхня сутність.

ЛІТЕРАТУРА

- Базелюк І.І., Буринська Н.М. Величко Л.П., Липова Л.А.* Практичні роботи з хімії. — К.: Перун, 1998. — 222 с.
- Гайдукевич О.М., Болотов В.В.* Аналітична хімія. — Харків: Основа, 2000. — 400 с.
- Левітін Є.Я., Ключев Р.Г., Бризицька А.М.* Практикум з загальної та неорганічної хімії. — Харків: Основа, 1998. — 116 с.
- Любина А.Я., Неменова Ю.М.* Руководство к практическим занятиям по технике лабораторных работ. — М.: Медицина, 1983. — 206 с.
- Полеес М.Е., Душечкина И.Н.* Аналитическая химия. — М.: Медицина, 1987. — 400 с.
- Пономарев В.Д.* Аналитическая химия. — М.: Медицина, 1982. — 304 с.
- Романова Н.В.* Основи хімічного аналізу. — К.: Освіта, 1992. — 192 с.
- Сухан В.В., Табенська Т.В., Капустян Д.Й., Горлач В.Ф.* Хімія. — К.: Либідь, 1993. — 378 с.
- Хомченко Г.П.* Химия для поступающих в вузы. — М.: Высшая школа, 1985. — 367 с.

ЗМІСТ

Передмова	3
Обладнання та оснащення лабораторій. Правила безпеки під час роботи в лабораторіях. Лабораторний посуд та допоміжне приладдя	4
Догляд за лабораторним посудом. Стерилізація	17
Лабораторні нагрівальні прилади	23
Реактиви, їх очищення. Кристалізація. Фільтрування. Центрифугування. Дистиляція	33
Терези	43
Визначення кристалізаційної води в кристалічному хлориді барію	50
Техніка роботи з різними видами піпеток, бюреток	57
Визначення густини розчинів	64
Техніка приготування розчинів солей, кислот, лугів точної та приблизної концентрації	68
Буферні розчини	78
Індикатори	85
Установлення титру 0,1 М розчину гідроксиду натрію за стандартним розчином хлористоводневої кислоти	90
Титрування під час мікрОВизначень	94
Мікроскоп та техніка мікроскопування	98
pH-Метр	108
Рефрактометрія	116
Фотоелектроколориметрія	121
Інструментальні методи аналізу	132
Література	142

Навчальне видання

ЮЗИК Галина Юліанівна

ТЕХНІКА ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Підписано до друку 26.01.2007.
Формат 60×84 1/16. Папір офсет.
Гарн. SchoolbookСТТ. Друк офсет.
Ум.-друк. арк. 9. Зам. № 7-118.

Видавництво «Медицина»
01034, м. Київ, вул. Стрілецька, 28
Свідоцтво про внесення до Державного реєстру видавців,
виготівників і розповсюджувачів книжкової продукції
ДК № 1585 від 01.12.2003
Тел.: (044) 235-00-44, 234-36-63
E-mail: med@books.com.ua

Віддруковано на ВАТ «Білоцерківська книжкова фабрика»,
09117, м. Біла Церква, вул. Л. Курбаса, 4.

