



ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ



О. А. Поломеева

О. А. ПОЛОМЕЕВА

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ
И ТЕХНИКА
ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ**

УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ

Издание второе, исправленное и дополненное



САНКТ-ПЕТЕРБУРГ • МОСКВА • КРАСНОДАР
2019

УДК 616
ББК 5в6я723

П 52 Полومهева О. А. Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ : учебное пособие / О. А. Полومهева. — 2-е изд., испр. и доп. — Санкт-Петербург : Лань, 2019. — 108 с. — (Учебники для вузов. Специальная литература). — Текст : непосредственный.

ISBN 978-5-8114-4214-0

Данное пособие содержит наиболее значимую теоретическую информацию, а также лабораторный практикум по дисциплине «Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ». Особое внимание уделено вопросам устройства и функционирования лабораторий, проведению качественного и количественного анализа, а также использования современных физико-химических методов исследования в лабораторной практике. В пособии приведены вопросы для самоконтроля, тестовые задания и ситуационные задачи.

Учебное пособие подготовлено по дисциплине «Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ» в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом среднего профессионального образования для студентов, обучающихся по специальности «Лабораторная диагностика».

УДК 616
ББК 5в6я73

Рецензенты:

М. С. ЮСУБОВ — доктор химических наук, профессор,
директор Исследовательской школы химических и биомедицинских технологий Национального исследовательского
Томского политехнического университета;

Р. В. ГУРТО — кандидат медицинских наук, ведущий научный сотрудник
лаборатории физиологии, молекулярной и клинической фармакологии
Томского научно-исследовательского центра РАН — НИИ фармакологии
и регенеративной медицины им. Е. Д. Гольдберга.

Обложка
Ю. В. ГРИГОРЬЕВА

© Издательство «Лань», 2019
© О. А. Полومهева, 2019
© Издательство «Лань»,
художественное оформление, 2019

ВВЕДЕНИЕ

На современном этапе развития медицины значительно выросло значение лабораторных исследований. По данным ВОЗ, доля лабораторных исследований составляет не менее 60% общего количества различных видов исследований, проводимых во всех лечебных учреждениях.

Достижения медицинской науки и возрастающие потребности практического здравоохранения, улучшение технического оснащения лабораторий и внедрение в широкую практику клинико-диагностических исследований значительно повышают требования к качеству и надежности проводимых исследований. Работа в современных лабораториях невозможна без квалифицированных лаборантских кадров и систематического повышения их квалификации и специализации.

Точность лабораторных исследований во многом зависит от качества проведенных анализов. Плохо вымытая посуда, неправильное отмеривание объемов используемых реактивов, неточное приготовление растворов, неумелое пользование приборами, а также неправильно собранный материал для исследований могут исказить результаты. Техника лабораторных работ — это дисциплина, в ходе изучения которой студент овладевает навыками и методическими приемами, необходимыми для работы в лаборатории.

В представленном учебном пособии содержится теоретический материал, описание лабораторных работ, тестовые задания, а также ситуационные задачи по дисциплине «Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ». Учебное пособие предназначено для студентов среднего профессионального образования, обучающихся по специальности «Лабораторная диагностика», а также может быть использовано в дополнительном профессиональном образовании.

1. ЛАБОРАТОРИИ И ИХ УСТРОЙСТВО

Лаборатории имеют чрезвычайно важное значение для учреждений здравоохранения, потому что в них проводят различные исследования: химические, биохимические, биологические и др.

Название «лаборатория» происходит от греческого слова *labo-rage*, что означает работать, обрабатывать.

Под «лабораторией» следует понимать организацию или структурное подразделение организации, которые измеряют, испытывают, контролируют, проверяют или любым другим способом определяют свойства и функционирование продукции и материалов.

Виды и назначение лабораторий:

а) клинико-диагностические (больниц, поликлиник, диспансеров, медицинских пунктов),

б) научно-исследовательских институтов,

в) центров Роспотребнадзора.

Клинико-диагностическая лаборатория обеспечивает широкий спектр плановых и срочных исследований (общеклинических, гематологических, биохимических, гормональных, иммунологических, цитологических, микробиологических и др.). Задачей клинико-диагностической лаборатории является также оказание консультативной помощи врачам лечебных отделений в выборе лабораторных исследований для пациентов.

Клиническая практика ежедневно свидетельствует, что в отношении многих случаев заболеваний, их диагностики, наблюдения за течением болезни и результатами лечения лабораторная информация оказывается крайне важной. По некоторым оценкам, до 80% объективной информации, используемой клиницистами, исходит из клинической лаборатории, а при критических состояниях экстренно полученная лабораторная информация имеет в прямом смысле слова жизненно важное значение. Таким образом, лабораторные исследования играют большую роль в процессе постановки диагноза и в лечении.

Выполнение исследований на современном оборудовании позволяет получить результаты врачом или пациентом уже через два часа, (раньше, например, пациентам, нуждающимся в иммунологическом обследовании гормонального статуса, приходилось иногда ждать результатов две недели). Полученные в автоматических анализаторах данные исследований обрабатываются в компьютере лабораторной информационной системы.

Важнейшей задачей любой лаборатории является получение достоверных результатов, поэтому необходимо организовать деятельность лаборатории таким образом, чтобы гарантировать качественное проведение лабораторных исследований.

Задачи, стоящие перед лабораториями, могут быть разными, но принципы организации оборудования и работы в них остаются общими для всех лабораторий.

Лаборатория должна иметь:

— *организационную структуру*, обеспечивающую для каждого сотрудника конкретную сферу деятельности и пределы его полномочий (обязанностей и ответственности);

— *руководителя*, который несет ответственность за выполнение всех задач, связанных с деятельностью лаборатории;

— *документированное Положение*, содержащее описание организации деятельности лаборатории, распределение обязанностей сотрудников, а также другие сведения об организации работы лаборатории (выполняемых функциях, взаимодействии с другими организациями и др.).

Персонал лаборатории

Лаборатория должна располагать достаточным числом специалистов, имеющих соответствующее образование и квалификацию, и обеспечивать постоянное обучение и повышение квалификации персонала.

Лаборатория должна располагать необходимой документацией и сведениями, касающимися квалификации, практического опыта и подготовки кадров. Для каждого специалиста должна иметься должностная инструкция, устанавливающая функции, обязанности, права и ответственность, квалификационные требования к образованию, знаниям и опыту работы.

Штат сотрудников лаборатории состоит из специалистов с высшим и средним медицинским образованием. Возглавляет лабораторию заведующий лабораторией — специалист с высшим медицинским образованием и стажем работы в клинко-диагностической лаборатории не менее 5 лет.

В штате лаборатории присутствует врач-лаборант — специалист с высшим образованием, медицинский технолог — специалист со средним образованием по специальности «Лабораторная диагностика» (квалификация «медицинский технолог»).

Основное место в медицинских лабораториях занимают специалисты — выпускники специальности «Лабораторная диагностика»

квалификации «Медицинский лабораторный техник». Без них невозможна деятельность клинических, биохимических, цитологических, бактериологических, гистологических и других лабораторий, которые нуждаются в его знаниях, умениях и навыках. Это специалист, который проводит лабораторные исследования биологического материала. Он может работать на двух участках — на сборе материала и в диагностической лаборатории.

Работа медицинского лабораторного техника состоит из аналитической и операторской сфер деятельности. Специалист, который работает в аналитической сфере деятельности, проводит лабораторные исследования в клинико-диагностических лабораториях, подготавливает пробы и химические реактивы, инструменты и оборудование. Специалист операторской сферы деятельности принимает материал, занимается его маркировкой и регистрацией, а также транспортирует биологический материал.

Основные требования к работнику лаборатории заключаются в общих и профессиональных компетенциях, изложенных в Федеральном государственном образовательном стандарте подготовки данного специалиста.

Квалифицированный *медицинский лабораторный техник* должен *уметь*:

— владеть практическими навыками проведения качественного и количественного анализа методами, не требующими современного оборудования;

— делать забор основных анализов;

— подготавливать рабочее место, посуду, оборудование для проведения анализов с соблюдением техники безопасности и противопожарной безопасности;

— вести регистрацию поступающего в лабораторию биологического материала для исследования, проводить обработку материала и готовить его к исследованию;

— оказывать доврачебную помощь при неотложных состояниях.

Квалифицированный медицинский лабораторный техник должен *знать*:

— устройство лабораторий различного типа, лабораторное оборудование и аппаратуру;

— методы забора биологического материала;

— теоретические основы лабораторных исследований, основные принципы и методы качественного и количественного анализа;

— методы приготовления реактивов и растворов для проведения исследований;

— правила техники безопасности при проведении лабораторных исследований;

— принципы работы микроскопа;

— влияние биологических факторов на результаты исследований;

— современные методы анализа.

Область профессиональной деятельности: клинические, микробиологические, иммунологические и санитарно-гигиенические лабораторные исследования в учреждениях здравоохранения и научно-исследовательских институтах, центры Роспотребнадзора.

Профессия «медицинский лабораторный техник» по классификации профессий Климова относится к профессиям типа «Человек — Природа», она связана с изучением и исследованием биологических материалов. Эта работа требует внимательности, сосредоточенности, склонности и интереса к работе с живыми (бактерии, микроорганизмы, вирусы и др.) и неживыми объектами природы. Также эта профессия относится к типу «Человек — Техника», так как связана с использованием технического оборудования и приборов (микроскоп, анализаторы, спектрофотометры и др.), необходимостью разбираться в технических средствах, проявлять кропотливость, склонность к ручной и технической работе.

Для работы в лаборатории необходимо выработать *профессионально-важные качества*.

Аккуратность — одно из самых важных качеств специалиста. Нельзя допускать небрежности в работе, поскольку от правильности проведенных исследований зависит жизнь и здоровье пациента. Специалист должен аккуратно работать с реактивами, стеклянной посудой и т. д.

Сотрудник лаборатории на рабочем месте осуществляет забор крови и других биологических жидкостей у пациентов. Для того чтобы снизить вероятность стресса у пациента, он должен быть доброжелательным и приветливым.

Следует экономно расходовать реактивы, материалы, растворы, необходимые для работы в лаборатории.

Быть наблюдательным, замечать все, что может влиять на результаты исследований, обладать хорошей памятью. Кроме того, сотрудник должен уметь рационально использовать свое рабочее время, правильно организовывать свое рабочее место, не допускать беспорядка на своем рабочем столе. Там должно быть только самое необходимое.

Медицинский лабораторный техник должен обладать следующими личностными качествами:

— Внимательность. Многие лаборатории укомплектованы сложным, дорогостоящим высокотехнологичным оборудованием (хроматографы, анализаторы, спектрофотометры и др.), поэтому лаборант должен бережно относиться к аппаратам. Внимательно выполнять лабораторные исследования, аккуратно, безошибочно заносить данные пациентов в журналы, компьютер.

— Склонность к работе с информацией. Специалист должен уметь работать со справочной литературой, инструкциями, находить нужные сведения. В своей работе он может встретиться с современными аналитическими методами исследования: масс-спектрометрией, автоматизацией аналитических процессов и другими перспективными направлениями в работе. Поэтому он должен быть готов к восприятию новой информации.

Кроме того, методы лабораторной диагностики ежегодно пополняются и совершенствуются в соответствии с запросами клинической медицины. Следовательно, специалисты лабораторий должны постоянно совершенствовать свои знания и умения, уметь использовать в своей работе новые приборы и аппараты.

– Ответственность. Медицинский лабораторный техник должен быть ответственным, организованным сотрудником, иметь склонность к ручному труду. Он должен уметь работать на компьютере, быстро находить нужную информацию, заносить сведения о выполненных исследованиях, работать с компьютерными программами.

Сотрудник лаборатории должен уметь управлять собой. Работая в коллективе, не допускать конфликтных ситуаций с сотрудниками лаборатории и с пациентами, быть эмоционально устойчивым.

Профессия медицинского лабораторного техника относится к классу «исполнительских», она связана с исполнением решений, работой по заданному образцу, соблюдением имеющихся правил и нормативов, следованием инструкциям, требует организованности, исполнительности.

Опасными и вредными производственными факторами являются: неправильное пользование электрооборудованием, неосторожная работа со стеклянной посудой, воздействие различных моющих веществ, горячей воды, случайное попадание частиц ядовитых и других раздражающих веществ.

В процессе работы лаборант должен соблюдать правила внутреннего трудового распорядка, пользоваться выданной спецодеждой, средствами индивидуальной защиты и другими предохранительными приспособлениями согласно действующим нормам.

Лаборант должен быть знаком с типовыми правилами пожарной безопасности, а в случае возникновения пожара наряду со всеми принимать меры к спасению людей и тушению пожара.

Лаборант должен уметь оказывать первую медицинскую помощь при травмах различного рода, знать местонахождение медицинской аптечки, уметь пользоваться и правильно применять материалы и вещества, находящиеся в аптечке.

В случае получения травмы необходимо эвакуировать пострадавшего из опасной зоны, оказать первую медицинскую помощь, сообщить руководителю, принять меры для доставки пострадавшего в лечебное учреждение.

Лаборант должен знать и соблюдать правила личной гигиены, содержать в чистоте и исправности спецодежду, систематически проходить профилактическое медицинское обследование в установленном порядке.

Лица, допустившие невыполнение или нарушение правил по охране труда, в зависимости от тяжести допущенных нарушений, привлекаются к ответственности в порядке, установленном действующим законодательством РФ.

Помещение и оборудование

Лаборатория должна быть оснащена оборудованием, а также расходными материалами (химическими реактивами, лабораторной посудой, веществами и др.) для правильного проведения исследований.

Рабочие столы следует размещать так, чтобы свет падал сбоку, желательно с левой стороны. Потолки и стены помещений лаборатории должны быть окрашены в светлый цвет, стены облицованы кафелем, чтобы их можно было мыть. Отделка помещений должна выдерживать частое мытье. Каждая лаборатория должна иметь хорошую вентиляцию и вытяжной шкаф. Вещества, которые легко воспламеняются (эфир, бензин, спирт и др.), нужно хранить в специальных обитых жестью ящиках, желательно под тягой.

Важным условием работы является правильная организация рабочего места лаборанта. На рабочем месте лаборанта должно быть все необходимое для проводимых в данный момент анализов: приборы, посуда, инструментарий, реактивы. Чистота рабочего места и помещения в лаборатории является важным условием в работе.

Даже небольшая лаборатория должна состоять как минимум из двух комнат. Одна из комнат является подсобным помещением, где производится приготовление питательных сред, мытье и сушка посуды и т. д., а другая — собственно лаборатория.

Окружающая среда, в условиях которой проводят исследования, не должна отрицательно влиять на результаты и искажать требуемую точность измерений. Помещения для проведения исследований должны быть защищены от воздействия таких факторов, как повышенная температура, пыль, влажность, пар, шум, вибрация, электромагнитные возмущения, и отвечать требованиям применяемых методик исследований, санитарных норм и правил, требованиям безопасности труда и охраны окружающей среды. Помещения должны быть достаточно просторными, чтобы устранить риск порчи оборудования и возникновения опасных ситуаций, обеспечить сотрудникам свободу перемещения и точность действий.

Для поддержания порядка и чистоты в лаборатории должны предприниматься профилактические меры.

Оборудование лаборатории, в том числе и аппаратура, должно использоваться по назначению, документация по его эксплуатации и техническому обслуживанию должна быть доступна.

Методы исследований и процедуры

Лаборатория должна располагать необходимой документацией по эксплуатации и функционированию соответствующего оборудования.

Все стандарты, руководства, инструкции, справочные данные и другие документы, используемые в работе лаборатории, должны быть актуализированы и доступны для персонала.

Лаборатория должна использовать методы и процедуры, установленные стандартами, в соответствии с которыми проводят исследования.

Лаборатория должна иметь внутреннюю систему качества, соответствующую области аккредитации лаборатории.

Элементы этой системы должны быть включены в Руководство по качеству, предоставляемое для пользования персоналу лаборатории. Актуализация Руководства по качеству возлагается на ответственного сотрудника лаборатории. Лицо или лица, ответственные за обеспечение качества работы лаборатории, должны назначаться ее руководителем. Лаборатория должна иметь систему регистрации результатов исследований, соответствующую установленным правилам. У каждого работающего обязательно должен быть свой журнал, куда он записывает все анализы (при наличии компьютерного оборудования результаты заносятся в базу данных).

Персонал лаборатории должен хранить профессиональную тайну в отношении информации, полученной при выполнении своих функций.

Техника безопасности при работе в лаборатории

Работа в лаборатории требует строгого соблюдения правил техники безопасности, нарушение которых влечет за собой возникновение несчастных случаев.

1. В лаборатории необходимо находиться в специальной одежде, работать без которой строго запрещается.

2. Находясь в лаборатории, нельзя принимать пищу.

3. Все работы с летучими и ядовитыми газообразными веществами проводить в вытяжном шкафу, соблюдая все правила предосторожности, пользоваться резиновыми перчатками, защитными очками. При определении запаха газообразного вещества следует осторожно вдыхать воздух, направляя его рукой от сосуда к себе.

4. При нагревании пробирки направлять ее открытую часть от себя.

5. При разбавлении концентрированных кислот необходимо вливать кислоту в воду.

6. При случайном попадании растворов кислоты или щелочи на кожу необходимо пораженный участок промыть большим количеством воды, затем нейтрализовать кислоту раствором соды (гидрокарбоната натрия), а щелочь — слабым раствором уксусной или борной кислоты.

7. Все работы с легковоспламеняющимися летучими веществами проводить вдали от нагревательных приборов.

8. Проводить работы только на исправном оборудовании.

9. При использовании стеклянной посуды проявлять осторожность, не допуская ее битья, так как это может привести к травмам. Небольшие раны или царапины промывают водой, смазывают раствором йода, при необходимости накладывают повязку.

Вопросы для самоконтроля:

1. Значение техники лабораторных работ для начинающих работу в лаборатории.

2. Назначение лабораторий в системе здравоохранения в России.

3. Основные требования, предъявляемые к помещениям лаборатории.

4. Требования, предъявляемые к организации рабочего места лаборанта.

5. Профессионально-важные качества медицинского лабораторного техника.

2. ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА

Для проведения различных лабораторных операций необходима лабораторная посуда. Ее можно разделить на несколько групп:

— по назначению: лабораторная посуда общего и специального назначения, мерная посуда;

— по материалу, из которого изготовлена посуда: стеклянная, фарфоровая, кварцевая, изготовленная из пластмассы.

Стеклянная посуда общего назначения — лабораторная посуда, которая должна быть в любой лаборатории, она используется для выполнения большинства работ. К ней относятся: пробирки, химические стаканы, воронки, делительные воронки, колбы, чашки Петри, холодильники, кристаллизаторы, промывалки, хлоркальциевые трубки.

Пробирки — отрезки стеклянных трубок, запаянных с одного конца. Они бывают различной формы, величины и диаметра: простые, градуированные, с боковым отводом, для полумикро- и микроанализа (рис. 1).

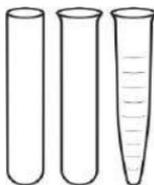


Рис. 1

Пробирки

Химические стаканы — тонкостенные цилиндры, изготовленные из тугоплавкого стекла, служат для работы с различным количеством жидкости (рис. 2). В химических стаканах можно нагревать жидкости, однако нагревание следует проводить через асбестовую сетку.

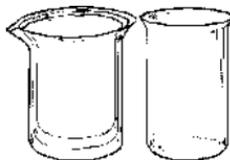


Рис. 2

Стаканы химические

В лабораториях широко используются **колбы**: круглые и конические (колбы Эрленмейера), используемые при титровании. Круглые колбы бывают круглодонные и плоскодонные (рис. 3).

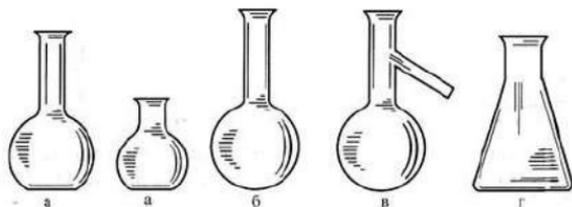


Рис. 3

Колбы:

а — плоскодонные, *б* — круглодонная,
в — колба Вюрца, *г* — коническая (колба Эрленмейера).

Стеклянные воронки общего назначения бывают: лабораторные, делительные, капельные.

Для переливания жидкости из сосуда с широким горлом в сосуд с узким горлом используют химические *воронки* (рис. 4).



Рис. 4

Воронка химическая

В химических лабораториях применяют большие стеклянные чашки — *кристаллизаторы*. Их назначение: очистка веществ перекристаллизацией, сбор газов, охлаждение сосуда с водой.

Мерная посуда — лабораторная посуда, которая используется для измерения объема жидкости. Это разного рода мензурки, мерные колбы, бюретки и т. д.

Мерные колбы (рис. 5) — колбы с узким длинным горлом, рассчитаны на различные объемы жидкости (от 25 до 1000 мл).

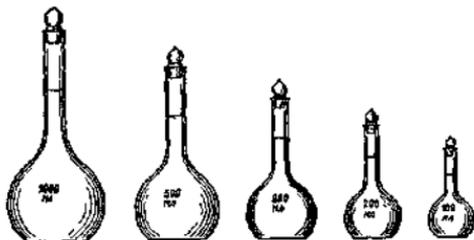


Рис. 5

Колбы мерные

Они имеют на шейке метку, до которой необходимо заполнять колбы. Емкость колбы указана в надписи на колбе. Мерные колбы используют для приготовления растворов точной концентрации. Мерные колбы нагревать нельзя.

Мерные цилиндры (рис. 6а) — используют для отмеривания определенных объемов растворов там, где не требуется высокая точность, например для приготовления растворов технической концентрации.

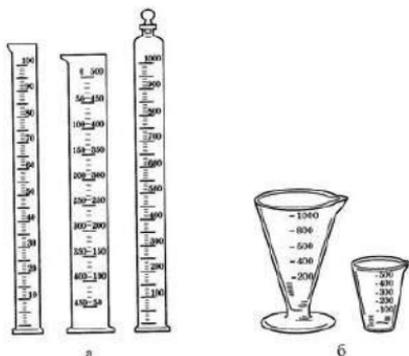


Рис. 6

Мерные цилиндры (а), мензурки (б)

Мензурки (рис. 6б) — конические стаканы с нанесенными делениями для измерения объемов жидкостей.

Для титрования раствора, используемого в объемном количественном анализе, в лаборатории применяют *бюретки* (рис. 7). Это градуированные стеклянные трубки, в нижней части которых имеется кран или пипетка, на которой закрепляется резиновая трубка со стеклянным наконечником и зажимом Мора. В резиновую трубку может быть помещена стеклянная бусина.



Рис. 7

Бюретки

Правила работы с бюретками. Закрепляют бюретку в штатив, через небольшую воронку наполняют рабочим раствором (раствором для титрования) чуть выше нулевой отметки. Открывают зажим, дают раствору заполнить стеклянную трубку, выпускают жидкость до нулевой отметки. За количеством вытекающей жидкости следят по положению нижнего края мениска.

Для точного отмеривания жидкости используют *пипетки Мора* (рис. 8а). Они рассчитаны на строго определенный объем (1, 2, 5, 10, 20, 25 мл). Градуированные пипетки имеют деления и позволяют точно отмеривать выпускаемую жидкость (рис. 8б).

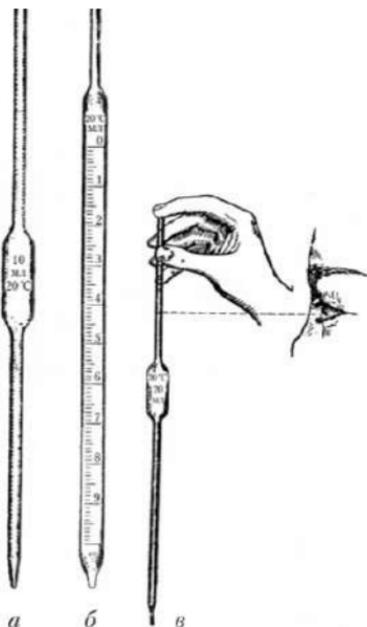


Рис. 8

Пипетки:

а — пипетка Мора, *б* — градуированная пипетка, *в* — правильное положение пипетки при отборе жидкости.

Правила работы с пипетками. Чтобы заполнить пипетку, ее берут большим и указательным пальцами и опускают нижним концом в жидкость. Используя резиновый баллончик, прижимают его открытую часть к верхнему концу пипетки, набирают жидкость в пипетку чуть выше метки. Убирают баллончик, быстро закрывают отверстие указательным пальцем и, держа пипетку строго вертикально, посте-

ленно ослабляют нажим, спускают жидкость до метки (рис. 8в). Вновь плотно зажимают отверстие. Выливают жидкость из пипетки, прикасаясь ее нижним концом к внутренней поверхности сосуда, давая жидкости медленно вытечь. Остаток жидкости выдуть нельзя, так как при калибровке пипетки учтен объем жидкости, оставшейся в носике.

В настоящее время в лабораторной практике широко используются полуавтоматические и автоматические пипетки (рис. 9), использование которых значительно облегчает работу лаборанта, позволяет экономить время. Их назначение — дозирование водных растворов низкой вязкости при комнатной температуре.

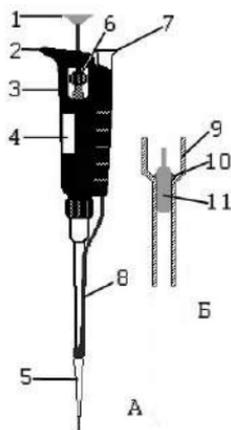


Рис. 9

Устройство (А) и принцип действия (Б) автоматической пипетки:

- 1 — поршень, 2 — упор для указательного пальца, 3 — корпус, 4 — окно индикатора, 5 — сменный наконечник, 6 — винт установки объема жидкости, 7 — механизм сбрасывания наконечника, 8 — посадочный конус и сбрасыватель наконечника, 9 — корпус пипетки, 10 — резиновое кольцо — уплотнитель, 11 — поршень.

Корпус (3) автоматической пипетки зажимается в руке, указательный палец размещается на упоре (2). Забор и дозирование жидкости осуществляется надавливанием большим пальцем на поршень (1) до первого упора, затем опускают наконечник (5) в жидкость и медленно отпускают поршень. Последующим нажатием до второго упора измеренная доза выпускается.

Удаление использованного наконечника производится нажатием большим пальцем на кнопку (7). Наконечники являются одноразовыми, их смена легко осуществляется.

Посуда специального назначения

К посуде специального назначения относятся колбы Бунзена. Они применяются для фильтрования с разрежением (рис. 10).



Рис. 10
Колба Бунзена

Колбы Вюрца применяют при перегонке жидкостей (рис. 11).



Рис. 11
Колба Вюрца

Большое применение в лабораториях имеют *капельницы* (рис. 12). Капельницы могут быть в виде шаровидного небольшого стеклянного баллончика с пробкой и оттянутым носиком. Используются для подачи жидкости по каплям.

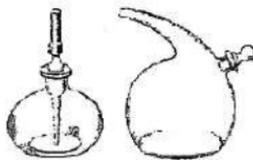


Рис. 12
Капельница

Для разделения несмешивающихся жидкостей используют *делительные воронки* (рис. 13а), а для переливания жидкости в сосуд для реакции небольшими порциями или по каплям применяют *капельную воронку* (рис. 13б).

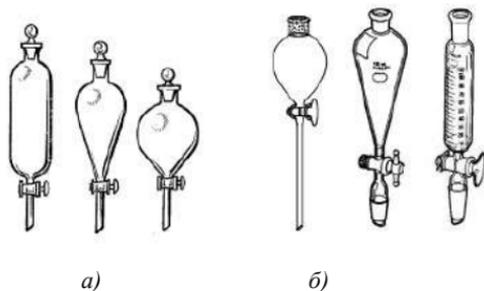


Рис. 13

Воронки делительные и капельные

Бюксы (рис. 14) применяют для взятия навески веществ на аналитических весах.

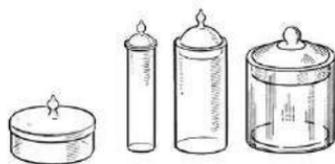


Рис. 14

Бюксы

В лабораторной практике используется *аллонж* (рис. 15) — согнутая под прямым углом стеклянная трубка, плавно расширяющаяся к одному концу. С его помощью достигается ровное, без брызг поступление жидкости из холодильника в приемник.

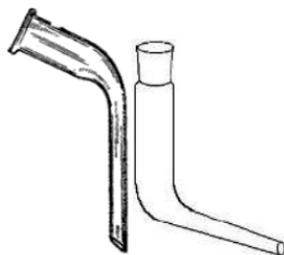


Рис. 15

Аллонж

Для микробиологических исследований широко используется *чашка Петри* — круглая плоскодонная чашка с крышкой (рис. 16). Она предназначена для посева микроорганизмов на питательных средах. Чашки Петри изготавливают и толстостенного стекла, поэтому нагревать их нельзя.

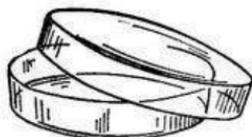


Рис. 16
Чашка Петри

Хлоркальциевые трубки (рис. 17.) необходимы в лаборатории для предохранения реактива от увлажнения и действия углекислого газа. Это трубки разной формы, заполненные прокаленным хлоридом кальция для поглощения влаги или натронной известью (смесь Ca(OH)_2 с NaOH) для поглощения углекислого газа.

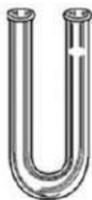


Рис. 17
U-образная хлоркальциевая трубка

Для поглощения и промывания газообразных веществ используют также промывные склянки (рис. 18.). В них помещают поглотители в жидком или твердом состоянии.

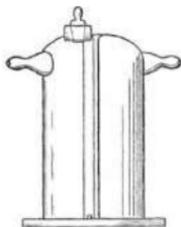


Рис. 18
Склянка Тищенко

Стеклянные приборы

Большую роль в лабораториях играют *холодильники* (рис. 19). Они служат для перегонки жидкостей и состоят из двух частей — внутренней трубки (1) с расширением на одном конце (2), с помощью которого холодильник надевается на прибор, и наружной рубашки (3) с двумя отверстиями (4), в которую поступает вода для охлаждения.

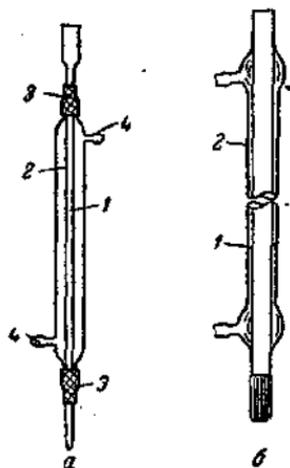


Рис. 19

Холодильник Либиха

Эксикатор (рис. 20) предназначен для охлаждения горячих тиглей или бюксов до комнатной температуры и хранения гигроскопичных веществ. На дно помещают вещества, поглощающие влагу: концентрированную серную кислоту, безводный хлорид кальция.

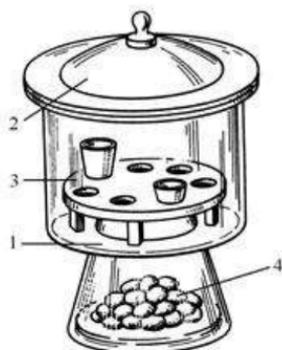


Рис. 20

Эксикатор:

1 — сосуд из толстостенного стекла, 2 — притертая стеклянная крышка, 3 — фарфоровая пластина с отверстиями, 4 — прокаленный хлорид кальция.

Для промывания и смывания осадков применяют промывалки (рис. 19) — небольшие колбы или пластиковые емкости, в которые наливают чаще всего дистиллированную воду.



Рис. 21

Промывалка

Фарфоровая посуда — посуда, изготовленная из фарфора, которая может использоваться при высокой температуре (рис. 20).

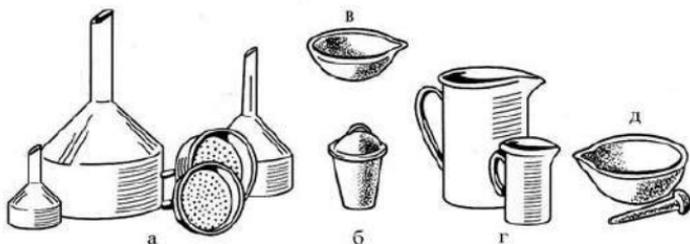


Рис. 22

Фарфоровая посуда:

а — воронка Бюхнера, *б* — фарфоровый тигель, *в* — выпарительная чашка, *д* — ступка с пестиком.

К ней относятся *воронки Бюхнера* (рис. 22а), *фарфоровые стаканы* (рис. 22г), *выпарительные чашки* (рис. 22в), *фарфоровые тигли* (рис. 22б). Для фарфоровых тиглей изготавливают специальные подставки — *фарфоровые треугольники* (рис. 23). *Фарфоровые ступки* (рис. 22д) используют для растирания твердых веществ с помощью фарфорового пестика.

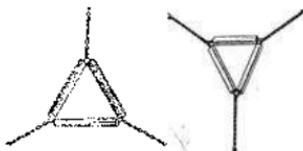


Рис. 23

Фарфоровые треугольники

Уход за лабораторной посудой

1. Стеклопосуду следует хранить в ящиках и шкафах, избегая ее повреждения.
2. Стеклопосуда должна храниться чистой.

3. Мыть химическую посуду следует аккуратно и специальными приемами. Стекланную посуду промывают горячей водой с помощью ершей, затем мыльным раствором или раствором соды, ополаскивают водой. Чистая посуда не должна иметь никаких загрязнений, а чистая вода должна после стекания покрывать стенки посуды без пятен и полос.

4. Сильно загрязненную посуду моют с применением хромовой смеси, которая представляет собой смесь концентрированной серной кислоты H_2SO_4 и бихромата калия $K_2Cr_2O_7$. В хромовой смеси посуду выдерживают несколько часов, затем прополаскивают сначала водопроводной водой, затем дистиллированной и ставят сушиться (на специальные стойки или в сушильный шкаф).

Вопросы для самоконтроля:

1. Лабораторная посуда общего назначения.
2. Лабораторная посуда специального назначения.
3. Мерная посуда, ее назначение.
4. Фарфоровая посуда, ее назначение.
5. Правила работы с пипетками и бюретками.
6. Уход за лабораторной посудой.
7. Состав хромовой смеси.

3. ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

В лабораториях часто используют нагревательные приборы, поскольку некоторые исследования проводятся при повышенной температуре.

Классификация лабораторных нагревательных приборов:

а) по источнику питания: газовые (горелки и плитки), жидкостные (керосиновые и бензиновые горелки, спиртовки), электрические (печи, шкафы, плитки);

б) по назначению: электропечи, электрические и газовые плитки, колбонагреватели, бани, сушильные шкафы, термостаты, стерилизаторы.

Газовые горелки. Наиболее часто применяют газовые горелки Бунзена (а) и Теклю (б) (рис. 24).

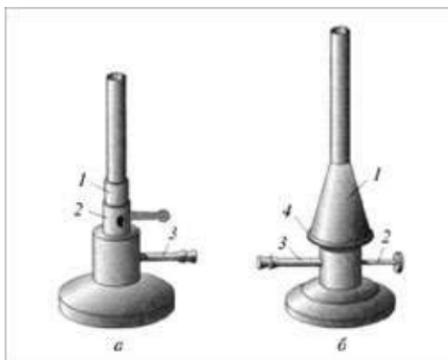


Рис. 24

Газовые горелки Бунзена и Теклю:

1 — вращающаяся муфта для регулирования подачи воздуха, 2 — отросток для подачи газа, 3 — трубка для смешивания газа и воздуха, 4 — вращающийся диск для регулирования подачи воздуха.

В газовых горелках предусмотрено регулирование поступления воздуха с помощью вращения диска (*горелка Теклю*) или поворотом хомутика (*горелка Бунзена*). Горелка Теклю с регулировочным диском — более совершенный прибор, так как в ней можно точнее регулировать не только доступ воздуха, но и приток газа (с помощью винта). Зажигать газовую горелку нужно только через 1–2 с после пуска газа и при небольшом доступе воздуха. Затем следует отрегулировать доступ воздуха так, чтобы пламя стало несветящимся.

К нагревательным приборам на жидком топливе относят лабораторные *спиртовые горелки (спиртовки)* (рис. 25).

Это небольшой стеклянный баллон, заполненный спиртом. В горелку вставлен фитиль. Заправленную спиртовку следует хранить, плотно закрыв колпачком. При зажигании спиртовки необходимо снять колпачок и зажечь фитиль спичкой. Нельзя поджигать спиртовку, наклоняя ее к другой, нельзя задувать спиртовку по окончании работы с ней. Спиртовки используют, если необходимо нагреть небольшое количество жидкости.

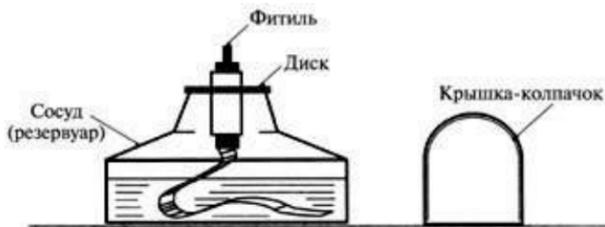


Рис. 25
Спиртовая горелка

Электрические лабораторные плиты — самые простые и самые распространенные нагревательные приборы в лабораториях. С их помощью нагревают реакционные сосуды, выпаривают растворы, высушивают или прокаливают образцы. Их можно использовать для нагревания различных бань (жидкостных, песочных, воздушных) до 350–400°C. В зависимости от потребностей лабораторные электрические плитки оснащаются платформами разного размера, некоторые модели предусматривают возможность одновременного нагрева большого количества химической лабораторной посуды.

Для того чтобы плитка прослужила долго, ее корпус изготавливается из химически стойкого материала, а элементы контроля выводятся на некотором расстоянии от платформы. Внешняя поверхность нагревающей платформы выполняется из материалов, способных длительное время противостоять пролитым горячим агрессивным химическим веществам. Это может быть керамика и стеклокерамика и др.

Для нагревания стеклянных круглодонных колб выпускаются специальные *колбонагреватели*, которые служат для нагревания круглодонной стеклянной посуды.

В лабораторной практике весьма востребованы различные бани (водяные, масляные, песочные) (рис. 26). Они служат для продолжительного нагревания в пределах температур 100–300°C, в них можно очень аккуратно и медленно нагревать реакционные сосуды, выпарные и кристаллизационные чашки, поддерживать температурный режим в

сосуде на определенном уровне в течение длительного времени. Они представляют собой, как правило, металлические чаши, заполненные водой (водяная баня) или сухим, чистым песком, прокаленным для удаления из него органических примесей (песчаная баня). Бани выпускаются одноместные и многоместные, с разными видами теплоносителей, от которых зависит максимальная температура нагрева.

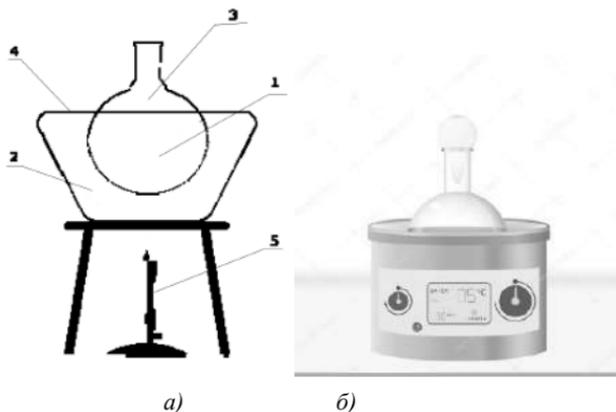


Рис. 26

Водяная баня (а), электрическая водяная баня (б):

1 — нагреваемое вещество, 2 — вода, 3 — сосуд с веществом, 4 — емкость с водой, 5 — нагревательный элемент (газовая горелка).

Для получения температуры 600–1400°C применяются электрические *муфельные печи* (рис. 27). Их назначение — прокаливание тиглей, в печи их может поместиться до 30 штук. С помощью особого регулировочного устройства печь может нагреваться до определенной, заранее заданной температуры.

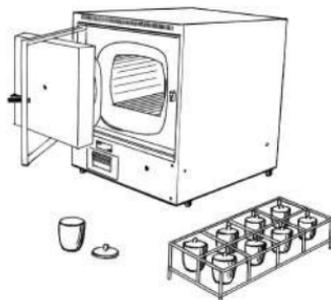


Рис. 27

Муфельная печь с набором тиглей

Сушильные шкафы (рис. 28) имеют электрический обогрев и терморегулятор, позволяющий поддерживать постоянную температуру. Пределы регулирования температуры от 40 до 200°C. Для наблюдения за температурой шкаф снабжен термометром. Высушиваемое вещество помещается в сушильный шкаф, отрегулированный на требуемую температуру, и выдерживается в нем при заданной температуре определенное время.

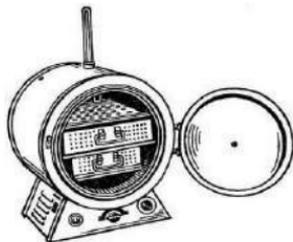


Рис. 28
Сушильный шкаф

Термостат — прибор, предназначенный для постоянного поддержания определенной температуры (20–80°C). Чаще всего термостат устанавливают на температуру человеческого тела (37°C). В них выращивают на питательных средах культуры бактерий, осуществляют серологические и биохимические реакции.

Техника безопасности при работе с нагревательными приборами

При работе с нагревательными приборами в лаборатории следует строго соблюдать правила пожарной безопасности:

1. Правильно зажигать и гасить газовые горелки и спиртовки.
2. Не нагревать горючие и легковоспламеняющиеся вещества на открытом пламени или на плитке с открытой спиралью.
3. Перед включением электронагревательных приборов проверить их заземление.
4. Работать только на исправном оборудовании.

Вопросы для самоконтроля

1. Виды нагревательных приборов.
2. Правила работы с нагревательными приборами.
3. Правила техники безопасности при работе с электронагревательными приборами.
4. Правила пользования спиртовкой.
5. Назначение лабораторных бань, термостата, сушильного шкафа.

4. УСТРОЙСТВО МИКРОСКОПА

В лаборатории любого типа имеется *микроскоп* — оптический прибор, предназначенный для рассмотрения объектов, не видимых невооруженным взглядом. Несмотря на разнообразие моделей современных микроскопов, принцип устройства микроскопа одинаков.

Устройство микроскопа МБР-1

Микроскоп имеет оптическую и механическую части (рис. 29).

Механическая часть: штатив, макровинт, револьверная система, предметный столик, микровинт.

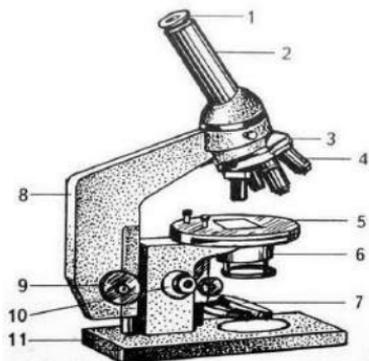


Рис. 29

Микроскоп МБР-1:

1 — окуляр, 2 — тубус, 3 — револьвер, 4 — объектив, 5 — предметный столик, 6 — конденсор, 7 — зеркало, 8 — тубусодержатель, 9 — макровинт, 10 — микровинт, 11 — основание (штатив).

Штатив (11) — опора всех составных частей микроскопа, придающий устойчивость прибору. На нем установлен *предметный столик (5)*, на котором с помощью клемм-зажимов удерживается предметное стекло с рассматриваемым объектом. *Макрометрический винт (9)* (макровинт) — механизм, с помощью которого происходит подъем или опускание тубуса. *Микрометрический винт (микровинт) (10)* служит для точной фокусировки изображения объекта.

Тубус (2) располагается наклонно для удобства работы с микроскопом.

Револьверная система (револьвер) (3) имеет четыре отверстия для ввинчивания объективов. Сферическую часть его можно вращать и быстро заменять объективы.

Оптическая часть: объективы, окуляры и осветительное устройство.

Осветительное устройство включает в себя зеркало и конденсор с ирисовой диафрагмой, расположенной под предметным столиком. Оно предназначено для освещения объекта пучком света.

Зеркало (7) служит для направления света через конденсор и отверстие предметного столика на объект. Оно имеет две отражающие поверхности: плоскую и вогнутую. При искусственном освещении используют вогнутую поверхность зеркала, при естественном освещении лучше пользоваться плоской поверхностью. Зеркало закреплено на штативе так, что оно может вращаться в двух взаимно перпендикулярных плоскостях.

Конденсор (6) состоит из 2–3 линз, вставленных в общую оправу. При подъеме или опускании его при помощи специального винта соответственно конденсируется или рассеивается свет, падающий от зеркала на объект. В нижнюю часть конденсора вмонтирована *ирисовая диафрагма*, расположенная между зеркалом и конденсором. Ее назначение — изменение диаметра светового потока, который направляется зеркалом через конденсор на объект. Ирисовая диафрагма состоит из тонких металлических пластинок. При помощи рычажка их можно то соединять, полностью закрывая нижнюю линзу конденсора, то разводить, увеличивая поток света.

Объектив (4) — одна из важнейших частей микроскопа. Это короткая металлическая трубка с системой линз, число которых может быть различным. Объектив направлен на исследуемый объект. Степень увеличения находится в прямой зависимости от числа линз. Объектив с большим увеличением имеет 8–10 линз. Увеличение объектива обозначено на нем цифрами. Микроскоп МБР-1 снабжен тремя объективами: $\times 8$, $\times 40$, $\times 90$.

В верхней части тубуса располагается *окуляр (1)*, в который направлен взгляд наблюдателя. Окуляр дает прямое увеличение изображения наблюдаемого объекта. Он состоит из 2–3 линз, вмонтированных в металлический цилиндр. Увеличение окуляров обозначено на них цифрами: $\times 7$, $\times 10$, $\times 15$.

Для определения общего увеличения микроскопа следует умножить увеличение объектива на увеличение окуляра (например, 40×10).

При необходимости наибольшего увеличения применяют *иммерсионное микроскопирование*. На препарат наносят каплю иммерсионного масла, которое необходимо для создания между препаратом и объективом однородной среды, что способствует получению четкого изображения. Для иммерсии используют кедровое масло.

В настоящее время в клинической диагностике широко применяются современные методы электронной микроскопии — трансмис-

сионная электронная (просвечивающая) микроскопия и сканирующая (растровая) электронная микроскопия, использование которых дает возможность изучить объекты, размеры которых лежат как в пределах разрешения светового микроскопа, так и далеко за ними (до уровня макромолекул). Для микроскопических исследований используют специальные методы микроскопии (фазово-контрастный, темнопольный и др.).

Техника микроскопирования:

1. Установить микроскоп на хорошо освещенный стол.
2. Естественный свет направляют в конденсор плоским зеркалом. Конденсор должен быть приподнят, диафрагма открыта. При искусственном освещении пользуются зеркалом с вогнутой поверхностью.

3. Препарат для микроскопирования помещают на предметный столик, закрепляют предметное стекло клеммами и рассматривают, пользуясь объективом малого увеличения.

4. Глядя в окуляр, контролируют освещенность поля зрения.

5. Поворачивая макровинт, находят рабочее расстояние между объектом и линзой объектива, при котором возникает изображение.

6. Центрируют препарат для исследования, т. е. помещают его в центр поля зрения и переходят к рассмотрению объекта с большим увеличением. Поворачивают револьвер до легкого щелчка, выбирают необходимый объектив.

7. Для тонкой фокусировки пользуются микровинтом.

8. Микроскопирование осуществляют поочередно левым и правым глазом, чтобы не допустить зрительного переутомления.

При микроскопии препаратов с *иммерсионным объективом* следует строго придерживаться определенного порядка в работе:

1. На приготовленный и окрашенный мазок на предметном стекле нанести каплю иммерсионного масла и поместить его на предметный столик, укрепив зажимами.

2. Повернуть револьвер до отметки иммерсионного объектива $\times 90$.

3. Осторожно опустить тубус микроскопа до погружения объектива в каплю масла.

4. Установить ориентировочный фокус при помощи макрометрического винта.

5. Провести окончательную фокусировку препарата микроскопическим винтом, вращая его в пределах только одного оборота.

По окончании работы с микроскопом необходимо вытереть масло с иммерсионного объектива и перевести револьвер на малый объектив $\times 8$.

Приготовление препаратов для микроскопирования

Препараты для микроскопирования готовят на предметном стекле — пластинке из тонкого стекла, которая должна быть абсолютно чистой.

Препараты готовят из крови, мочи, фекалий, тканей животных и растений, колоний микроорганизмов и др.

Наиболее просто готовят нативные препараты-объекты в их естественном виде: материал наносят на предметное стекло и покрывают покровным стеклом.

Широко используют *метод окраски препаратов* для микроскопического исследования. Поскольку различные части препарата воспринимают краску по-разному, т. е. возможность отличить друг от друга отдельные структуры. Для приготовления препаратов крови используют азур-эозин для подсчета лейкоцитарной формы, фуксин — для подсчета тромбоцитов, азур II — для подсчета ретикулоцитов.

Микроорганизмы можно микроскопировать как в живом, так и в мертвом (фиксированном) состоянии на специально приготовленных препаратах. Например, плесневые грибы и дрожжи лучше рассматривать в живом виде. Клетки этих микроорганизмов относительно крупные, и обычно при микроскопировании в живом виде хорошо выявляются их форма, размеры, некоторые детали внутреннего строения.

Бактерии ввиду их малых размеров чаще рассматривают на фиксированных окрашенных препаратах. При этом получается более ясное представление о форме и размерах клеток, о способности их к спорообразованию.

При бактериологическом исследовании для окраски микробов применяются основные анилиновые краски. Чаще всего употребляют: основной фуксин (красная краска), метиленовая синь (синяя краска), генцианвиолет, кристаллвиолет, метилвиолет (фиолетовые краски).

Существует *негативный метод* окраски, при котором окрашивается только фон препарата, на котором отчетливо видны неокрашенные микроорганизмы (например, бледная трепонема).

Вопросы для самоконтроля:

1. Составные части микроскопа.
2. Состав механической, осветительной и увеличивающей частей микроскопа.
3. Обозначение цифр на объективе и окуляре.
4. Понятие иммерсии.
5. Техника микроскопирования.
6. Способы окраски препаратов.

5. ФИЛЬТРОВАНИЕ И ЦЕНТРИФУГИРОВАНИЕ

Фильтрация — процесс отделения от жидкости частиц твердого вещества при помощи фильтра. Фильтр пропускает жидкость, но задерживает на своей поверхности частицы твердого вещества. Отделяемая жидкость — *фильтрат*. В качестве фильтра могут использоваться различные материалы (ткань, целлюлозная масса — вата, песок, активированный уголь), но чаще всего в лабораториях используют фильтровальную бумагу.

Фильтровальная бумага бывает *обычная* и *беззольная*. Беззольные фильтры используют для точных аналитических исследований, при которых отфильтрованный осадок сжигают вместе с фильтром. Такие фильтры дают небольшое количество золы (0,0001–0,0002 г), что практически не влияет на массу осадка. Во всех других случаях используются обычные фильтры.

Фильтры отличаются по степени плотности, которая определяется по цвету бумажной ленты на упаковке фильтров:

— *черная (розовая) лента* — фильтры с небольшой плотностью, предназначенные для отделения студенистых осадков;

— *белая лента* — фильтры средней плотности, применяется для большинства осадков;

— *голубая лента* — самые плотные фильтры для мелкозернистых осадков.

Из фильтровальной бумаги можно изготовить простые и складчатые фильтры.

Если осадок необходим для последующей работы с ним, используют *простой* фильтр (рис. 30), а если осадок отбрасывается — *складчатый* (рис. 31).

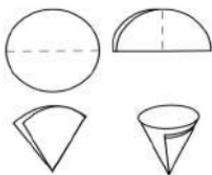


Рис. 30

Складывание простого фильтра

Виды фильтрации: простое, горячее, под вакуумом.

Для проведения *простого* фильтрации необходимо собрать установку для фильтрации, которая состоит из штатива, стеклянной воронки, фильтра, сосуда для сбора фильтрата (рис. 32)

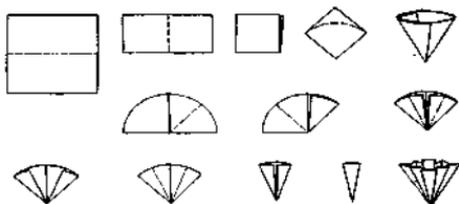


Рис. 31

Складчатый фильтр



Рис. 32

Установка для фильтрования в обычных условиях (простое)

В воронку помещают подготовленный простой или складчатый фильтр, причем его размещают так, чтобы его края были ниже краев воронки на 0,3–0,5 мм. Осторожно смачивают фильтр водой из промывалки и плотно прижимают к стеклу. Подготовленную для фильтрования смесь наливают на фильтр, используя стеклянную палочку. Жидкость направляют не в середину фильтра, а к той стороне фильтра, где он сложен втрое. После того, как большая часть жидкости отфильтрована, приступают к промыванию осадка сначала декантацией, затем на фильтре.

При промывании декантацией стараются, пользуясь промывалкой, смыть со стенок стакана частицы твердого вещества, перемешивают осадок, дают ему отстояться. Когда жидкость станет прозрачной, ее переносят на фильтр, снова промывают 3–4 раза.

Во многих случаях промывание осуществляют на фильтре. В стакан наливают воду, перемешивают осадок и переливают вместе с осадком на фильтр. Операцию повторяют несколько раз, пока весь осадок не окажется на фильтре. После окончания фильтрования осадок на фильтре промывают 3–4 раза, дают растворителю стечь, достают фильтр, разворачивают и осторожно собирают осадок лопаточкой.

Горячее фильтрование используют, если вещества имеют большую вязкость. Для горячих растворов используют обогревающие воронки.

Фильтрование под вакуумом позволяет увеличить скорость фильтрования растворов (рис. 33). Установка для такого фильтрования: водоструйный насос (4), колба Бунзена (1), воронка Бюхнера (2), предохранительная склянка (3).

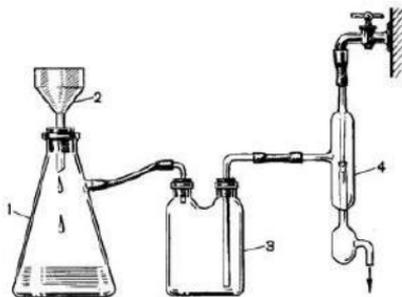


Рис. 33

Фильтрование под вакуумом

При необходимости отделения осадка от раствора в лаборатории используют центрифугу (рис. 34).

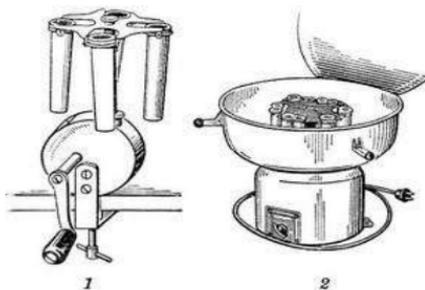


Рис. 34

Центрифуга:

1 — ручная, 2 — электрическая.

Полученный в результате центрифугирования раствор (центрифугат) отделяется под действием центробежной силы. Центрифуга имеет 4–16 гнезд для пробирок, скорость до 10 000 об/мин. Центрифугат отделяют от осадка при помощи капилляра пипетки, кончик капилляра не должен касаться осадка, находясь на расстоянии 1 мм. Когда подъем жидкости по капилляру закончится, отверстие пипетки закрывают пальцем и переносят в другую емкость.

Правила центрифугирования:

1. Центрифуга должна быть установлена на устойчивой поверхности.
2. Во время проведения центрифугирования крышка центрифуги должна быть плотно закрыта.
3. В центрифуге размещают четное число пробирок, если их нечетное количество, то устанавливают еще одну пробирку с дистиллированной водой.
4. Чтобы достать пробирки после окончания центрифугирования, следует дождаться полной остановки прибора.

Вопросы для самоконтроля:

1. Виды фильтров.
2. Отличие беззольных фильтров по степени плотности фильтровальной бумаги.
3. Применение простых и складчатых фильтров.
4. Виды фильтрования.
5. Правила работы с центрифугой.

6. ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ

Реактивами называются хорошо очищенные вещества, которые могут применяться для различных лабораторных работ.

Работа в химической лаборатории неразрывно связана с применением различных реактивов, поэтому каждая лаборатория обязательно имеет определенный запас их.

По своему назначению реактивы могут быть разделены на две основные группы: общепотребительные и специальные.

Общепотребительные реактивы имеются в любой лаборатории. К ним относится сравнительно небольшая группа химических веществ: кислоты (соляная, азотная и серная), щелочи (гидроксид натрия и гидроксид калия), оксиды кальция и бария, ряд солей, преимущественно неорганических, индикаторы (фенолфталеин, метиловый оранжевый и др.).

Специальные реактивы применяются только для определенных работ.

По существующему в России положению для реактивов установлены квалификации: «чистый» (ч.), «чистый для анализа» (ч. д. а.), «химически чистый» (х. ч.) и «особо чистый» (ос.ч.), последняя иногда делится на несколько марок.

Кроме того, имеются *реактивы кондиций*: технический (техн.) очищенный (оч.), особой чистоты (ос.ч.), высшей очистки (в. оч.) и спектрально чистый (сп. ч). Для реактивов каждой из этих категорий установлено определенное допустимое содержание примесей. Наиболее дорогие и редкие реактивы, как правило, хранят отдельно.

Наиболее употребительные реактивы, расход которых может быть значительным, особенно на крупных предприятиях, покупаются в крупной расфасовке, в банках или бутылках, содержащих иногда по несколько килограммов вещества, малоупотребительные и редкие реактивы обычно имеют мелкую расфасовку от 10 до 1 г и даже мельче.

Реактивы квалификации «чистый» могут применяться в самых разнообразных лабораториях.

Реактивы «чистые для анализа», как показывает название, предназначены для аналитических работ, выполняемых с большой точностью. Содержание примесей в препаратах ч. д. а. настолько мало, что обычно не вносит заметных погрешностей в результаты анализа. Эти реактивы используют в научно-исследовательских работах.

Реактивы квалификации «химически чистый» предназначены для ответственных научных исследований, они используются также в

аналитических лабораториях в качестве веществ, по которым устанавливаются титры рабочих растворов.

Эти три квалификации охватывают все реактивы общего назначения. Препараты более высокой очистки («особой чистоты») предназначены лишь для специальных целей, когда даже миллионные доли процента примеси являются совершенно недопустимыми. Для упаковки препаратов высокой чистоты необходимо полностью отказаться от стеклянной посуды, являющейся источником загрязнений. Поэтому чаще всего используют полиэтиленовые банки, еще лучше применять банки из тефлона (фторопласт-4).

Ассортимент чистых веществ рассчитан на работу в любой лаборатории.

По свойствам реактивы подразделяются на:

— *гигроскопичные* (влагочувствительные) — вещества, легко поглощающие воду (гидроксиды натрия и калия, хлорид кальция и др.);

— *светочувствительные* — вещества, изменяющие свои свойства под действием света, вступая в реакции окисления, восстановления (препараты серебра, йода, анилин, фенол и др.);

— *пожароопасные* — вещества, которые способны воспламениться от кратковременного контакта с искрой или пламенем (спирт, эфиры и др.);

— *ядовитые* — вещества, попадание которых в организм человека может вызвать отравление.

Работающие в лаборатории должны знать основные свойства применяемых ими реактивов, особенно степень их ядовитости и способности к образованию огнеопасных и взрывоопасных смесей с другими реактивами.

С целью экономии реактивов (особенно ценных) готовить растворы нужно в таком количестве, какое необходимо для работы. Раствор, стоящий без употребления, обычно портится, кроме того, емкости, содержащие ненужные растворы, загромождают лабораторию.

Реактивы при хранении в банках могут слежаться в плотные комки, вторые трудно извлекать. Поэтому, прежде чем брать твердый реактив из банки, нужно (при закрытой пробке) потрясти банку, ударяя, например, ладонью по боку. Если слежавшийся реактив при этом не рассыпается, тогда, открыв пробку, разрыхляют верхний слой при помощи чистого рогового или фарфорового шпателя или стеклянной палочки. Металлический шпатель применять для этой цели не рекомендуется.

Перед взятием реактива из банки нужно осмотреть ее горло и удалить с него все, что может попасть в пересыпаемое вещество и загрязнить его (пыль, парафин, всякие замазки и пр.).

Очень удобно брать реактивы из банки при помощи фарфоровой ложки, фарфорового шпателя или же пересыпать их через воронку для порошков. Воронку вставляют в горло банки, в которую пересыпают то или иное вещество; этой же воронкой можно пользоваться при переливании очень густых, вязких жидкостей.

Просыпавшийся на стол реактив (неизбежно при этом загрязняющийся) нельзя высыпать обратно в ту же банку, где он хранится. Забота о сохранении чистоты реактивов — самое главное правило при работе с ними.

Необходимо следить, чтобы на всех банках с реактивами обязательно были или этикетки с обозначением, что находится в банке, или надписи, сделанные восковым карандашом для стекла.

Если на банке с реактивом нет этикетки или надписи, такой реактив применять нельзя. В подобном случае нужно установить точно, что находится в банке, так как ошибки могут привести к серьезным последствиям.

Перед тем как насыпать реактив в банку, ее нужно хорошо вымыть и высушить, предварительно подобрав к ней пробку. В непросушенные банки пересыпать реактив нельзя.

При взвешивании сухих реактивов нельзя насыпать их прямо на чашку весов, так как при этом возможна порча весов.

При хранении гигроскопических веществ или таких, которые могут изменяться при соприкосновении с воздухом, банки должны быть герметизированы, для этого пробки их заливают парафином, менделеевской замазкой или сургучом.

При обращении с реактивами, хранящимися в стеклянной таре большой емкости, требуется особая осторожность, так как эту тару очень легко разбить.

Некоторые реактивы продаются и сохраняются в запаянных ампулах разного размера. Таковую ампулу вскрывают следующим образом. На расстоянии 1 см от конца оттянутой части ампулы очень осторожно делают царапину напильником или специальным ножом. Полезно место надреза предварительно смочить водой. Когда надрез сделан, обтирают оттянутый конец ампулы чистой ватой. Ампулу держат в левой руке так, чтобы открываемый конец ее был направлен в сторону от работающего и от соседей, правой рукой отламывают надрезанную часть быстрым рывком.

Обращаться с ампулами следует очень осторожно; их лучше всего хранить в картонных коробках завернутыми в гофрированный картон или же переложенными чем-либо мягким.

Некоторые реактивы при продолжительном хранении изменяются или даже разлагаются, например анилин при хранении желтеет. Такие реактивы перед употреблением следует очистить или перегонкой, или фильтрованием через адсорбенты (активированный уголь, силикагель и т. д.), или другими приемами, в зависимости от свойств вещества. Реактивы, изменяющиеся под действием света, хранят в желтых или темных склянках, иногда вставленных в картонную коробку.

Методы очистки химических реактивов.

Если в лаборатории отсутствует химический реактив определенной степени чистоты, его приходится дополнительно очищать.

Наиболее распространенные методы очистки и разделения реактивов — перекристаллизация, перегонка (дистилляция), возгонка (сублимация), абсолютирование (высушивание).

Перекристаллизация применяется для очистки различных растворимых солей и многих твердых органических веществ. Этот метод основан на различной растворимости вещества в холодном и горячем растворителях и на различной растворимости компонентов смеси в одном и том же растворителе. Готовят горячий насыщенный раствор данного реактива в заранее выбранном растворителе. Фильтруют горячий раствор через складчатый фильтр, чтобы избавиться от механических примесей. При охлаждении (вследствие понижения растворимости) выпадают кристаллы, примеси остаются в растворе.

Если реактив содержит нерастворимые примеси, раствор перед охлаждением необходимо отфильтровать, используя складчатый фильтр в воронке для горячего фильтрования.

Перегонка или дистилляция используется для очистки жидкостей. При перегонке жидкость путем нагревания переводят в парообразное состояние, затем при охлаждении пар конденсируется, т. е. превращается в жидкость. При этом все твердые примеси и более высококипящие жидкие примеси остаются в колбе, а более низкокипящие примеси отгоняются раньше основной жидкости. Перегонкой очищают воду и другие жидкости (рис. 35).

В колбу Вюрца (1) вставляют воронку с длинной трубкой и аккуратно наливают жидкость, подлежащую перегонке, бросают несколько капилляров с одним запаянным концом (запаянный конец должен находиться над жидкостью), это необходимо для равномерного кипения. Закрывают горло колбы пробкой с термометром, устанавливают холодильник Либиха (2), присоединяют аллонж (3). После этого подставляют приемник для дистиллята (5) и начинают нагревать. Для нагревания используют газовую горелку, водяную баню и др.

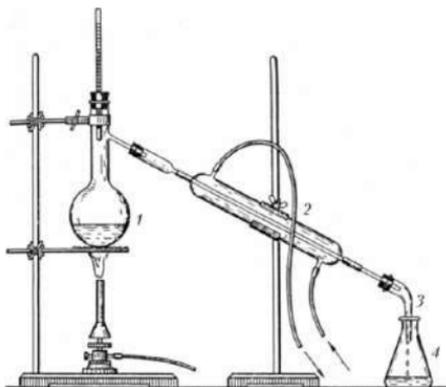


Рис. 35

Установка для перегонки жидкости (дистилляции):
 1 — колба Вюрца, 2 — холодильник Либиха, 3 — аллонж,
 4 — колба-приемник.

В лабораториях для получения дистиллированной воды используется электрический аквадистиллятор Д-1, перегоняющий 4–5 л воды в час.

Очистка методом возгонки

Некоторые твердые вещества, например йод, обладают способностью при нагревании, не плавясь, переходить в твердое состояние. Это явление называется сублимацией или возгонкой. Возгонка применяется для очистки веществ от нелетучих примесей. Этим методом можно очистить йод, хлорид аммония, серу, бензойную кислоту и др.

Стакан с веществом для очистки помещают в песочную баню, закрывают круглодонной колбой, через которую проходит медленный ток воды (рис. 36).

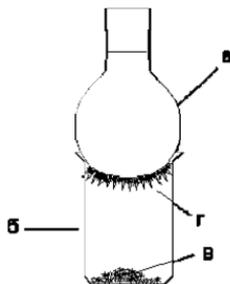


Рис. 36

Прибор для возгонки:
 а — колба с холодной водой; б — стакан с веществом;
 в — очищаемое вещество; г — очищенное (возогнанное) вещество.

Стакан медленно нагревают, по возможности не допуская плавления вещества. При этом вещество возгоняется и оседает на колбе. В конце опыта охлаждают прибор и стеклянной палочкой соскабливают чистое вещество со дна колбы на бумагу. Определяют температуру плавления вещества в капилляре.

Обезвоживание органических реактивов

Для очистки органических веществ — растворителей (спирт, эфир и др.) от примесей воды применяют метод абсолютирования. Полученные в результате обезвоживания жидкости называют *абсолютными*.

Абсолютирование спирта

Установка для абсолютирования спирта состоит из круглодонной колбы, в которую помещают обезвоженный сульфат меди CuSO_4 и добавляют спирт, подлежащий очистке. К колбе присоединяют обратный холодильник, который закрывают пробкой с хлоркальциевой трубкой. В хлоркальциевую трубку помещают прокаленный хлорид кальция для поглощения паров воды из воздуха. Прибор устанавливают на водяной бане и кипятят в течение 6–8 ч. По окончании кипячения обратный холодильник заменяют холодильником Либиха и спирт перегоняют в чистую колбу. Прибор во время перегонки тщательно защищают от попадания влаги воздуха.

Абсолютирование эфира

При хранении эфира в нем могут появиться примеси пероксидов и гидропероксидов. Эфир смешивают с концентрированным раствором гидроксида натрия или калия, помещают в делительную воронку, энергично перемешивают. Отделяют эфир, добавляют воду, чтобы промыть эфир. Затем добавляют прокаленный хлорид кальция и оставляют на сутки. Затем эфир отфильтровывают, добавляют мелко нарезанный металлический натрий, кипятят с обратным холодильником, нагревая на песочной бане.

Абсолютирование бензола

В емкость с бензолом помещают прокаленный хлорид кальция, плотно закрывают пробкой, оставляют на сутки. Отфильтровывают и добавляют мелко нарезанный, хорошо очищенный от керосина и оксидной пленки металлический натрий. Собирают прибор с обратным холодильником, кипятят в течение 3–4 ч на песочной бане. После этого бензол перегоняют над натрием, тщательно защищая его от попадания влаги воздуха. Категорически запрещается осуществлять нагревание бензола с металлическим натрием, используя газовую горелку или водяную баню.

Вопросы для самоконтроля:

1. Дать определение реактиву.
2. Правила хранения реактивов.
3. Перечислить марки реактивов.
4. Порядок работы с реактивами, хранящимися в ампулах.
5. Указать способы, с помощью которых можно уберечь реактивы от загрязнения.
6. Методы очистки реактивов.
7. Методы очистки органических реактивов.
8. Зарисовать прибор для абсолютирования спирта.
9. Назвать вещества, очищаемые методом возгонки.

7. ВЕСЫ И ВЗВЕШИВАНИЕ

Взвешивание — измерение массы вещества с помощью весов, при этом сравнивают массу тела (вещества) с эталоном (гирей).

В зависимости от точности, с которой необходимо определить массу вещества, производят взвешивание с помощью различных типов весов: аптечных, торсионных, технохимических, аналитических.

Для точных взвешиваний используют аналитический разновес (рис. 37).

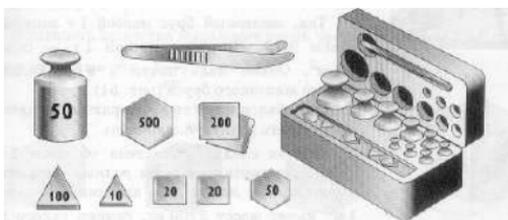


Рис. 37

Аналитический разновес

Он состоит из гирек массой от 1 до 100 г и разновесок массой от 10 до 500 мг. Брать разновески необходимо пинцетом.

Наиболее распространенные технохимические весы, с их помощью можно определить массу вещества с ошибкой не более 0,01 г (рис. 38). Аналитические весы позволяют взвешивать вещества с точностью до 0,0001 г.

Техника работы на технохимических весах

В начале работы проверить правильность работы весов. Для этого освобождают арретир и наблюдают за стрелкой весов. Если стрелка не отклоняется, весы работают правильно. Если стрелка отклоняется, необходимо с помощью отвеса и установочных винтов добиться горизонтального расположения весов.

Далее расположить взвешиваемый предмет на левую чашку весов, а гирьки (разновесы) на левую до достижения равновесия.

Полученную массу подсчитывают, складывая массу всех разновесов.

Аналитические весы всегда заключены в стеклянный футляр с открывающимися боковыми дверцами (рис. 39). Во время взвешивания дверцы необходимо закрывать. Весы должны находиться в специальной комнате, содержаться в чистоте. Не допускается взвешивать на аналитических весах грузы более чем предельная нагрузка весов. Температура взвешиваемых предметов должна быть комнатной.

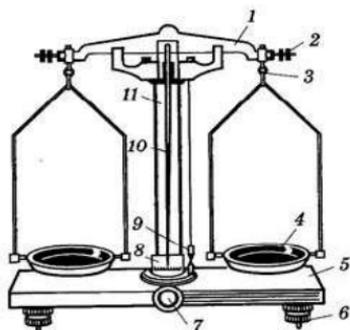


Рис. 38

Технохимические весы:

1 — коромысло, 2 — балансирующие гайки, 3 — серьги, 4 — чашки, 5 — основание, 6 — установочные винты, 7 — ручка арретира, 8 — шкала, 9 — отвес, 10 — стрелка, 11 — колонка весов.

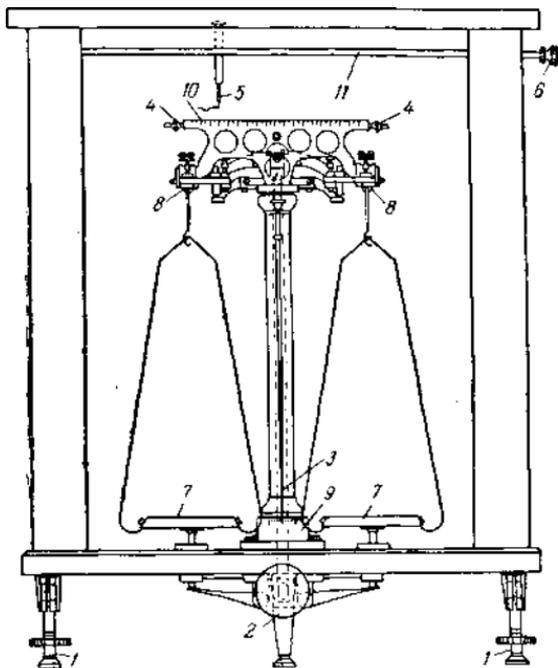


Рис. 39

Аналитические весы:

1 — установочные винты, 2 — рукоятка арретира, 3 — стрелка, 4 — серьжки, 5 — подвижной крючок для рейтера, 6 — рукоятка, 7 — чашки весов, 8 — рычаги арретира, 9 — шкала для отсчета, 10 — коромысло.

Алгоритм взвешивания на аналитических весах:

1. Справа от весов разместить разновес, слева — взвешиваемый предмет или эксикатор, проверить чистоту весов.

2. Установить нулевую точку весов: опустить арретир и через 30–50 с посмотреть на экран вейтографа. При ненагруженных весах нуль шкалы должен совпадать с вертикальной отсчетной линией на экране. Если нуль не совпадает, то небольшим вращением головки корректора добиться совпадения.

3. Поместить взвешиваемый предмет на левую чашку весов, открыв левую дверку.

4. Открыв правую дверку, разместить на шашке разновес. Гирьки необходимо брать пинцетом. После каждой поставленной гирьки открывают арретир и наблюдают, куда отклоняется стрелка арретира. Гирьки ставят все по очереди от большей к меньшей.

5. Подбирают десятые доли грамма, поворачивая соответствующий диск и совмещая с указателем различные цифры диска.

6. Подбирают сотые доли грамма, поворачивая внутренний диск.

7. Найдя массу взвешиваемого предмета с точностью до 0,01 г, открывают арретир полностью и записывают показания шкалы с помощью вейтографа. Крупные деления шкалы обозначены цифрами со знаком плюс или минус. Знак плюс показывает, что величину отсчета надо прибавить, знак минус означает, что величину отсчета надо вычесть. Чтобы избежать ошибки взвешивания, необходимо подбирать сотые доли грамма со знаком плюс.

8. Записать результат взвешивания.

9. Снимают с левой чашки взвешиваемый предмет. Гирьки вкладывают в коробку, начиная с более тяжелой. Диски устанавливают на «0». Проверяют чистоту весов.

Взятие навески

Аналитическая навеска — точно отвешенное количество вещества, которое в дальнейшем подвергается анализу.

1. Взвесить бюкс или часовое стекло.

2. Определить суммарную массу бюкса (стекла) и навески вещества.

3. Снять с чашки весов гирьки, соответствующие массе бюкса и установить новые гирьки, масса которых соответствует суммарной массе бюкса и навески вещества.

4. Сняв бюкс с весов, добавить в него вещество и поместить на чашку весов. Осторожно открывая арретир, наблюдают за отклонением стрелки, которая показывает много или мало вещества в бюкс-

се. Досыпая или убирая вещество, добиваются точности взятой навески.

5. В некоторых случаях нет необходимости отвешивать точно рассчитанное количество вещества, но необходимо знать точную массу навески. В бюкс насыпают примерное количество вещества и взвешивают бюкс вместе с навеской. Массу навески определяют, вычитая из суммарной массы массу бюкса.

Современные лаборатории оснащены электронными аналитическими весами (рис. 40).

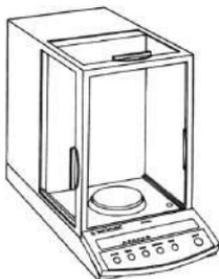


Рис. 40

Электронные аналитические весы

Принцип действия аналитических электронных весов основан на электромагнитном уравнивании предмета, в результате электрического сигнала производится измерение веса, которое преобразуется в цифровой вид и выводится на табло. Они просты в использовании, требования к размещению и внешним воздействующим факторам намного ниже, чем у аналитических механических весов.

Вопросы для самоконтроля:

1. Виды весов, используемых в лабораторной практике.
2. Требования к установке аналитических весов в лаборатории.
3. Правила взвешивания на теххимических весах.
4. Устройство аналитических весов.
5. Правила взвешивания на аналитических весах. Взятие навески.

8. РАСТВОРЫ. СПОСОБЫ ВЫРАЖЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРОВ

Большинство химических реакций в количественном химическом анализе проводят в растворе, так как этот способ их осуществления наиболее прост и удобен.

Растворы — гомогенные (однородные) системы, состоящие из двух или более компонентов, а также продуктов взаимодействия между ними. Компоненты растворов:

— *растворитель* — компонент, который преобладает в растворе и находится в том же агрегатном состоянии, что и раствор;

— *растворенное вещество* — вещество, молекулы которого равномерно распределены между молекулами растворителя.

Классификация растворов:

а) по агрегатному состоянию: твердые, жидкие, газообразные;

б) по количеству растворенного вещества: концентрированные, разбавленные;

в) по типу растворителя: водные, неводные;

г) по максимальному содержанию вещества: насыщенные, ненасыщенные.

Одной из основных характеристик растворов является концентрация.

Концентрацией раствора называется количество растворенного вещества, содержащегося в определенном весовом или объемном количестве раствора или растворителя. Это величина, показывающая количественное содержание одного вещества в другом в относительных единицах, таких как:

— процент (%), выражающий число частей данного вещества на 100 частей другого (или всего) вещества;

— промилле (‰, рт) — на тысячу частей;

— кг/м³, г/см³, моль/дм³ и др.

Существуют различные способы выражения состава раствора. Наиболее часто используют массовую долю растворенного вещества, молярную и нормальную концентрации.

Способы выражения концентраций растворов:

1. *Массовая доля растворенного вещества* $w_{(B)}$ — это безразмерная величина, равная отношению массы растворенного вещества к общей массе раствора:

$$w_{(B)} = m_{(B)} / m_{(P-ра)} \quad (1)$$

Массовая доля означает число граммов растворенного вещества в 100 г раствора. Например, в 100 г 20% раствора NaCl содержится 20 г соли и 80 г воды.

2. *Молярная концентрация* C_m показывает, сколько моль растворенного вещества содержится в 1 литре раствора:

$$C_m = n_{(B)}/V = m_{(B)}/(M_{(B)} \cdot V) \quad (2)$$

$m_{(B)}$ — масса вещества(г);

$n_{(B)}$ — количество растворенного вещества (моль);

$M_{(B)}$ — молярная масса растворенного вещества (г/моль);

V — объем раствора.

Молярность (M) означает число молей растворенного вещества в 1 л раствора. Молярный раствор — это раствор, в одном литре которого содержится 1 моль растворенного вещества (1 M).

Если раствор содержит 2 моль в 1 л, то он называется двумолярным (2 M), 0,1 моль в 1 л — децимолярным (0,1 M), 0,01 моль в 1 л — сантимольным.

Растворы одинаковой молярности реагируют между собой всегда целыми (но не обязательно равными) объемами. Например, молярные растворы HCl и NaOH реагируют равными объемами; молярные растворы NaOH и H₂SO₄ реагируют в отношении 2:1, т. е. для полного взаимодействия между молярными их растворами нужно взять на 1 объем раствора H₂SO₄ 2 объема раствора NaOH.

3. *Молярная концентрация эквивалента (нормальность)* означает число эквивалентов (эков) растворенного вещества в 1 л раствора. Такие растворы называются нормальными. Величина нормальности обозначается буквой н с точкой (н.). Раствор, в 1 л которого содержится 1 экв растворенного вещества, называется нормальным раствором (1 н.); 0,1 экв — децинормальным (0,1 н.); 0,01 экв — сантинормальным (0,01 н.).

Эквивалент вещества — это условная частица вещества, которая в данной реакции соединяется с одним атомом или ионом водорода либо замещает его. Эквивалент характеризуется фактором эквивалентности (fэ) и молярной (мольной) массой эквивалента (Mэ).

fэ — это доля прореагировавшего моля, равноценная одному катиону водорода (реакция нейтрализации) или одному электрону (окислительно-восстановительные реакции).

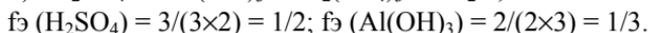
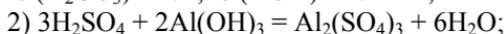
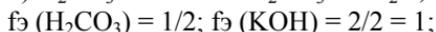
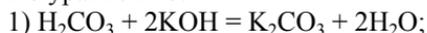
fэ кислоты = $1/N(H^+)$,

fэ основания = $1/N(OH^-)$,

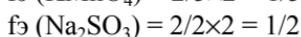
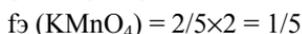
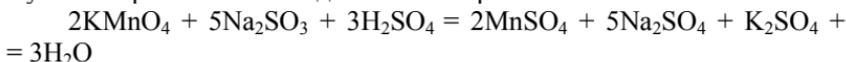
fэ (соли) = $1/N(\text{металла}) \times N(\text{кислотного остатка})$.

Например: fэ (H₂SO₄) = 1/2; fэ (NaOH) = 1/1 = 1; fэ (Al₂(SO₄)₃) = 1/(2×3) = 1/6.

По уравнению:



В окислительно-восстановительных реакциях фактор эквивалентности определяется, как отношение количества молекул определяемого вещества к количеству молекул другого вещества в реакции с учетом принятых или отданных электронов.



Молярная концентрация эквивалента:

$$C_3 = n_3 / V_{(p-pa)}, \quad (3)$$

где n_3 — количество молей эквивалента.

$$n_3 = m(\text{вещества}) / M_3.$$

$$M_3 = f_3 \cdot M.$$

4. *Титр раствора* означает количество грамм растворенного вещества в 1мл раствора (г/мл):

$$T = m / V, \quad (4)$$

При приготовлении растворов кислот из концентрированных кислотных растворов используют соотношение 1 объемной части концентрированного раствора к объемным частям воды.

Например: приготовить 1 литр H_2SO_4 в концентрации 1 к 7.

$$1 + 7 = 8.$$

$$1000:8 = 125 \text{ мл}; \quad 1 \times 125 = 125; \quad 7 \times 125 = 875.$$

Нужно взять 125 мл $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{конц.})}$ и 875 мл воды.

Пересчет концентраций растворов из одних единиц в другие

При пересчете процентной концентрации в молярную и наоборот необходимо помнить, что процентная концентрация рассчитывается на определенную массу раствора, а молярная и нормальная — на объем, поэтому для пересчета необходимо знать плотность раствора. Если обозначить: w — процентная концентрация; M — молярная концентрация; C_3 — нормальная концентрация; M_3 — эквивалентная масса, ρ — плотность раствора; M — молярная масса, то формулы для пересчета из процентной концентрации будут следующими:

$$C_m = (w \cdot \rho \cdot 10) / M. \quad (5)$$

$$C_3 = (w \cdot p \cdot 10) / M_э. \quad (6)$$

Этими же формулами можно воспользоваться, если нужно пересчитать нормальную или молярную концентрацию на процентную.

Иногда в лабораторной практике приходится пересчитывать молярную концентрацию в нормальную и наоборот. Если эквивалентная масса вещества равна молярной массе, (например, для HCl , KCl , KOH), то нормальная концентрация равна молярной концентрации. Так, 1 н. раствор соляной кислоты будет одновременно 1М раствором. Однако для большинства соединений эквивалентная масса не равна молярной и, следовательно, нормальная концентрация растворов этих веществ не равна молярной концентрации.

Для пересчета из одной концентрации в другую можно использовать формулы

$$C_m = (M_э \cdot C_3) / M; \quad (7)$$

$$C_3 = (C_m \cdot M) / M_э. \quad (8)$$

Приготовление растворов с приблизительной (технической) концентрацией

К техническим способам выражения концентрации растворов относятся растворы, концентрация которых выражена в процентах:

- а) массовая доля (массовая процентная концентрация);
- б) объемная процентная концентрация;
- в) массо-объемная процентная концентрация.

Алгоритм приготовления растворов технической концентрации

1. Приготовить лабораторную посуду и оборудование: мерный цилиндр, аптечные или теххимические весы, разновес, реактивы, (только чистые вещества), дистиллированная вода, плоскодонная колба (колба Эрленмейера) или химический стакан, стеклянная палочка.

2. Произвести расчет количества растворенного вещества до десятых долей и массу растворителя.

3. Взять навеску вещества на аптечных или теххимических весах.

4. Жидкость отмерить мерным цилиндром.

5. Перенести навеску вещества в колбу или стакан, в котором будет производиться растворение. Отмерить примерно $\frac{1}{2}$ количества воды, энергичным помешиванием добиться полного растворения, после растворения добавить оставшееся количество воды.

6. Подготовить для хранения (подготовить этикетку, на которой указать, какой раствор находится, дату приготовления). Наклеить на сосуд, в котором будет находиться раствор.

Приготовление растворов методом смешивания

Часто в лабораториях необходимо приготовить раствор из уже имеющихся растворов.

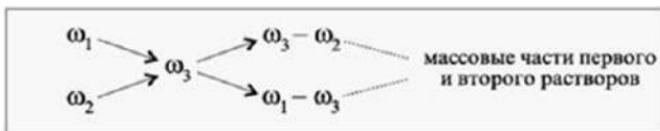
При расчете необходимых соотношений двух растворов известной концентрации (в массовых процентах) для получения нового раствора заданной концентрации используют уравнение смешивания

$$m_1 w_1 + m_2 w_2 = (m_1 + m_2) \cdot w_3, \quad (9)$$

где m_1 и m_2 — масса первого и второго растворов, w_1 и w_2 — концентрация этих растворов, w_3 — концентрация конечного раствора после смешивания.

Уравнение смешивания применяют также в виде «правила креста».

Схема для использования «правила креста» составляется следующим образом:



1. Слева наверху диагональной схемы указывается большая концентрация исходного раствора (w_1).

2. Внизу указывается концентрация (w_2) исходного раствора.

3. В центре схемы необходимо написать (w_3) искомую концентрацию.

4. Вычтешь по диагонали из большого числа меньшее ($w_1 - w_3$).

5. Вычтешь из большого числа меньшее по диагонали ($w_3 - w_2$) и результат запишешь справа вверху.

6. Найти соотношение $(w_3 - w_2)/(w_1 - w_3)$. Оно покажет, какие части исходных растворов необходимо взять для смешивания.

Чтобы получить раствор с массовой долей w_3 необходимо смешать часть раствора с массовой долей w_1 и часть раствора с массовой долей w_2 .

Если необходимо добавить воду к исходному раствору, то массовая доля $w_2 = 0$.

Приготовление растворов аналитической (точной) концентрации

К аналитическим способам выражения концентрации относятся:

- а) молярная концентрация (моль/л);
- б) молярная концентрация вещества-эквивалента или нормальная концентрация (моль/л);
- в) массовая концентрация или титр (г/мл).

Алгоритм приготовления растворов аналитической концентрации:

1. Приготовить лабораторную посуду и оборудование: мерная колба, аналитические весы, аналитический разновес, стеклянная воронка, реактив, бюкс для взвешивания.

2. Рассчитать массу вещества с точностью до четвертого знака, молекулярную массу с точностью, указанной в Периодической системе химических элементов Д. И. Менделеева.

3. Взять навеску на аналитических весах. *Объем растворителя не учитывают, а используют мерную колбу соответствующего объема.*

4. Перенести навеску в мерную колбу через сухую стеклянную воронку.

5. Дистиллированную воду с помощью воронки налить в мерную колбу до половины объема. Осторожно, вращательными движениями (не переворачивая) перемешивают содержимое колбы, добиваясь растворения. Объем жидкости довести до метки, приблизительно на 1 см ниже. Ставят колбу так, чтобы метка оказалась на уровне глаз. Осторожно по каплям добавляют воду до тех пор, пока нижняя часть мениска не будет касаться метки на шейке мерной колбы.

6. Колбу закрыть пробкой, тщательно перемешать раствор 10–12 раз.

7. Подготовить для хранения.

Приготовление растворов из фиксаналя

Фиксанал — запаянная стеклянная ампула с точной навеской вещества. На ампуле содержится информация о том, какое вещество и в каком количестве находится в ампуле.

Алгоритм приготовления растворов из фиксаналя:

1. В чистую мерную колбу вставляют воронку. В воронку помещают боек (прилагается к фиксаналу).

2. Ампулу протирают спиртом, вставляют в воронку так, чтобы она тонким дном касалась бойка, ударяют ее о боек. Содержимое ампулы попадает в колбу. Вторым бойком пробивают верхнее углубление ампулы, через полученное отверстие промывают небольшими порциями дистиллированной водой несколько раз. Ополоснуть боек. Общее количество воды, пошедшей на промывание равно $2/3$ объема колбы.

3. Вращательными движениями перемешивают содержимое колбы, дистиллированной водой доводят до метки.

4. Закрыть колбу пробкой, тщательно перемешать.

5. Подготовить для хранения.

При приготовлении растворов часто необходимо воспользоваться плотностью раствора.

Плотность — количество массы в единице объема ($\text{г}/\text{см}^3$). Плотность растворов зависит от концентрации раствора. Чем выше концентрация раствора, тем больше плотность. На величину плотности влияет температура. При понижении температуры она увеличивается, при повышении — уменьшается. Поэтому всегда необходимо записывать, при какой температуре происходит измерение плотности. Плотность рекомендуется измерять при температуре 20°C .

Лаборант должен уметь измерять плотность биологических жидкостей (мочи, молока и др.). Измерение плотности жидкости производят с помощью различных приборов: ареометров, спиртометров, урометров и др.

Ареометры — стеклянные трубки с расширением книзу в виде шарика, заполненного дробью или специальной массой (рис. 39). Вверху указано наименьшее значение плотности, внизу — наибольшее, поскольку глубина погружения ареометра зависит от плотности жидкости. Для определения плотности жидкость наливают в стеклянный цилиндр, погружают в нее ареометр, стараясь не касаться стенок цилиндра. Ареометр должен свободно плавать и находиться в центре цилиндра. Отсчет плотности производят по верхнему мениску жидкости. После окончания измерения ареометр промывают в воде, вытирают и помещают в специальный футляр.

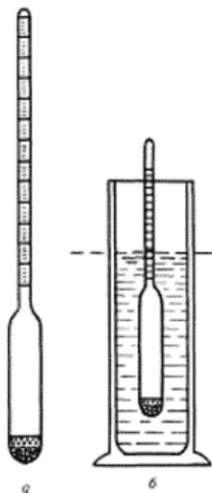


Рис. 41

Ареометр (а), измерение плотности раствора (б)

Для определения плотности спирта используют спиртометр, биологических жидкостей (мочи) — урометр, молока — лактометр.

Для определения температуры растворов используют *термометры*. Обычно это дилатометрические термометры — стеклянные трубки с капилляром внутри и резервуаром, заполненным различными жидкостями (ртуть, этиловый спирт, толуол, пентан).

Для измерения температуры от -30 до $+360^{\circ}\text{C}$ используют палочковые термометры, у которых шкала находится снаружи, а капилляр внутри.

Спиртовые термометры используют для измерения очень низких температур, так как при очень низких температурах ртутные термометры не могут использоваться (температура замерзания ртути — 39°C).

При измерении температуры жидкости термометр погружают так, чтобы он не касался стенок сосуда и находился на равном расстоянии от них.

По окончании работы термометр необходимо охладить и поместить в специальный футляр.

При установлении максимальных и минимальных температур пользуются *максимальными* и *минимальными* термометрами.

В различных областях техники и медицины применяются термоэлектрические термометры.

Принцип работы электронных термометров основан на изменении сопротивления проводника при изменении температуры окружающей среды.

Вопросы и задачи для самоконтроля:

1. Способы выражения приблизительной и аналитической концентрации.

2. Определение титра.

3. Определение фактора эквивалентности соли, кислоты, основания.

4. Формула для выражения плотности.

5. Ареометры, их виды.

6. Правила пользования термометром.

7. В воде объемом 220 мл и плотностью 1 г/мл растворили хлорид натрия NaCl массой 30 г. Определить массовую долю NaCl . (Ответ: 12%).

8. Как приготовить раствор массой 500 г с массовой долей хлорида калия KCl 14%? (Ответ: $m_{\text{KCl}} = 70$ г; $m_{\text{H}_2\text{O}} = 430$ г.)

9. Вычислить молярную концентрацию соляной кислоты HCl в растворе с массовой долей HCl 20%, плотность раствора 1,1 г/мл. (Ответ: 6,03 моль/л.)

10. В воде массой 150 г растворили хлорид калия KCl массой 10 г. Вычислить массовую долю хлорида калия. (Ответ: 6,25%.)

9. ОСНОВЫ КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

Задача любой лаборатории — установление качественного и количественного состава исследуемых объектов.

Задачей качественного анализа является обнаружение отдельных элементов или образуемых ими ионов, которые входят в состав определенного вещества или смеси веществ.

Качественный анализ всегда предшествует количественному анализу.

Качественный химический анализ можно выполнять различными способами.

Способ проведения аналитических реакций может отличаться, поскольку вещества могут находиться в разных агрегатных состояниях.

Существует *сухой* и *мокрый* способ проведения качественных реакций. Сухие способы: окрашивание пламени кристаллами вещества, получение окрашенных стекол (перлов), метод растирания вещества с твердым реагентом.

Проба на окрашивание пламени основана на том, что летучие соединения некоторых элементов окрашивают бесцветное пламя в определенный цвет (табл. 1).

Таблица 1

Реакции окрашивания пламени

Элемент	Цвет пламени	Элемент	Цвет пламени
Литий	Красный	Барий	Желто-зеленый
Натрий	Желтый	Стронций	Карминово-красный
Калий	Фиолетовый	Медь	Ярко-зеленый
Кальций	Кирпично-красный	Свинец	Голубой

При использовании метода растирания порошкообразного вещества с твердым реактивом могут образовываться окрашенные соединения или газообразные вещества. Например, при растирании солей аммония с гашеной известью выделяется аммиак:



Выделяющийся аммиак обнаруживают по запаху или по окрашиванию влажной лакмусовой бумажки в синий цвет.

Окрашенные перлы готовят сплавлением исследуемого вещества с тетраборатом натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Окраска перла указывает на присутствие элемента в исследуемом образце. Например, хром окрашивает перл тетрабората натрия в зеленый цвет, кобальт — в синий.

В лабораторных условиях большинство аналитических реакций проводятся мокрым способом, для чего анализируемое вещество переводят в раствор. В качестве растворителя используют воду либо растворы кислот или щелочей.

По способу проведения различают *пробирочные, капельные и микрокристаллические методы*.

Пробирочный анализ проводят в пробирках.

Капельный анализ проводят в специальных пластинах для анализа (например, фарфоровых), добавляя к нескольким каплям анализируемого вещества 1–2 капли раствора реактива. При этом происходит химическая реакция с характерным аналитическим эффектом.

Микрокристаллоскопические реакции проводят на предметных стеклах и затем наблюдают под микроскопом получившиеся кристаллы, которые имеют характерный цвет, форму и размеры.

В зависимости от величины навески различают: *грамм-, сантиграмм-, миллиграмм-, микрограмм-, нанограмм-метод*.

По способу регистрации различают химические и физико-химические методы качественного анализа.

При использовании химических методов проводят химические реакции и визуально наблюдают аналитический эффект.

При использовании физико-химических методов присутствие вещества определяют по возникновению физико-химического параметра, например спектра.

Различают *дробный* и *систематический* качественный анализ.

Дробный анализ иона или вещества проводят реакциями с отдельными порциями раствора в присутствии всех остальных ионов. Для проведения дробного анализа используют специфические качественные реакции, т. е. характерные только для данного иона.

Если специфические реакции отсутствуют, то при анализе сложной ионной смеси используют *систематический способ*. При систематическом анализе ионы выделяют из сложной смеси отдельными группами, основываясь на сходстве или различии их свойств по отношению к действию определенных реагентов.

Реакции, которые протекают в растворах, происходят между ионами, следовательно, качественный анализ растворов неорганических веществ заключается в обнаружении в них катионов и анионов.

Требования к аналитическим реакциям в качественном анализе.

Качественный химический анализ основан на химических реакциях, характерных для данного вещества.

Качественные реакции должны сопровождаться заметными внешними изменениями (*аналитическим эффектом*):

- а) изменением окраски;
- б) образованием или растворением осадка;
- в) выделением газа;
- г) окрашиванием пламени и др.

Реакции, сопровождающиеся аналитическим эффектом, называют *аналитическими*, а добавляемое для этого вещество — *реагентом*.

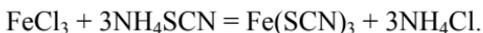
К химическим реакциям в качественном анализе предъявляют следующие требования: высокая чувствительность, избирательность (селективность), быстрота протекания, специфичность.

Реакция является *чувствительной*, если при ее проведении можно обнаружить очень малые количества вещества.

Избирательность реакции (селективность) — способность протекать одинаково лишь с ограниченным количеством ионов.

Аналитическая реакция, которая дает возможность определить один ион в присутствии любых других ионов, является *специфической*.

Например, качественная реакция на катион железа (III) Fe^{3+} является специфичной:



Образуется роданид железа (III), имеющий кроваво-красную окраску.

Деление ионов на аналитические группы

В основу классификации ионов (катионов и анионов) положено отношение ионов к действию определенных групповых реагентов. При этом учитывают также свойства растворимых и нерастворимых продуктов реакции: их окраску, отношение к кислотам и щелочам, способность к образованию комплексных соединений. В качественном анализе используют сероводородную и кислотно-основную классификацию.

Сероводородная основана на различной растворимости сульфидов металлов и тесно связана с Периодической системой химических элементов Д. И. Менделеева.

Чаще всего в качественном анализе используют кислотно-основную классификацию катионов, при которой катионы разделяют на шесть аналитических групп (табл. 2).

В основе кислотно-основной классификации лежит отношение катионов к кислотам и основаниям. Классификация проводится по следующим признакам: растворимость хлоридов, сульфидов и гидроксидов, основной или амфотерный характер гидроксидов, способ-

ность к образованию комплексных соединений (аммиакатов). Данный метод качественного анализа был разработан в 1947 г. учеными С. Д. Бесковым и О. А. Слизковской.

Таблица 2

Классификация катионов по кислотно-основному способу

Номер группы	Катионы	Групповой реагент	Результат действия группового реагента
I	Na^+ , K^+ , NH_4^+	Отсутствует	Хлориды, сульфаты, гидроксиды растворимы в воде
II	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	Разбавленная (2н.) HCl	Все катионы 2 группы образуют осадки с ионом Cl^- , нерастворимые в воде
III	Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}	Разбавленная (2н.) H_2SO_4 или ион SO_4^{2-}	Катионы 3 группы образуют осадки с SO_4^{2-} , нерастворимые в воде
IV	Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Si^{4+} , As^{5+}	Растворы щелочей	Гидроксиды амфотерны, растворимы в избытке щелочи
V	Mg^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+}	Растворы щелочей	Гидроксиды нерастворимы или плохо растворимы в избытке щелочи
VI	Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+}	Избыток 25% раствора аммиака	Гидроксиды растворяются в избытке раствора гидроксида аммония с образованием комплексных соединений (аммиакатов)

В основу классификации анионов легло образование солей бария и серебра. Исследуемые анионы подразделяются в этом случае на 3 группы (табл. 13).

Таблица 3

Классификация анионов

Номер группы	Анионы	Групповой реагент	Результат действия группового реагента
I	CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , SO_4^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$, SiO_3^{2-} , PO_4^{3-}	Раствор BaCl_2 , имеющий нейтральную или слабощелочную реакцию	Образуются соли бария, практически нерастворимые в воде
II	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}	Азотнокислый раствор AgNO_3	Соли серебра нерастворимы в воде и в разбавленной азотной кислоте
III	NO_2^{2-} , NO_3^{3-} , CH_3COO^-	Отсутствует	Соли бария и серебра, растворимые в воде

Большинство анионов открываются дробным методом с помощью специфичных реакций, поэтому групповые реактивы применяют только для обнаружения анионов соответствующей группы.

Вопросы для самоконтроля:

1. Требования к аналитическим реакциям.
2. Основные признаки аналитических реакций.
3. Привести примеры специфических реакций.
4. Назвать групповой реактив к каждой группе катионов.
5. Перечислить группы анионов.
6. Как отличить свободный йод от йодид-иона?
7. Доказать качественный состав хлорида аммония, сульфата железа.

10. ОСНОВЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

Количественный анализ предназначен для определения количества элемента, входящего в состав вещества, самого вещества и примесей в нем.

В основе количественного химического анализа лежит химическая реакция между определяемым веществом и веществом реагентом.

К химическим реакциям, применяемым в этом анализе, предъявляют следующие *требования*:

1) реакция должна протекать достаточно быстро и быть практически необратимой;

2) вещества, вступившие в реакцию, должны реагировать в строго определенных количественных соотношениях, т. е. реакция должна быть стехиометрической и не сопровождаться побочными реакциями;

3) в результате реакции должны получаться соединения с определенным молекулярным составом;

4) на ход реакции не должны оказывать влияние примеси, присутствующие в анализируемом веществе;

5) реакция должна позволять достаточно просто устанавливать момент ее окончания, а также массу продукта реакции или объем раствора реагента, затраченный на ее проведение.

Количественный анализ проводят химическими, физико-химическими и физическими методами. Среди химических методов различают *весовые* и *объемные* методы анализа.

Весовые методы предусматривают весовое определение продуктов реакции. При проведении весового анализа производится ряд химических операций, в итоге которых получается осадок (например, сульфат бария, гидроксид железа (III), хлорид серебра).

Основные операции весового анализа:

- а) взятие средней пробы;
- б) взвешивание;
- в) растворение навески;
- г) осаждение;
- д) фильтрование;
- е) промывание осадка;
- ж) высушивание, иногда прокаливание;
- з) взвешивание на аналитических весах.

Количество вещества обычно эквивалентно количеству вещества, вступившего в реакцию, поэтому количество осадка можно рассчитывать, зная количество исходного вещества.

Объемные методы предусматривают определение количества раствора реагента с точной концентрацией, пошедшего на взаимодействие с определяемым веществом. Раствор реагента называют *рабочим раствором (титрантом)*. При использовании объемных методов анализа для определения точки эквивалентности применяют особые вещества — *индикаторы точки эквивалентности*, изменяющие свой цвет по достижению ее. Например, в методе нейтрализации используют индикаторы: метиловый оранжевый, фенолфталеин, тимолфталеин. Количество раствора реагента в объемном анализе определяют с помощью титрования.

Титрование — постепенное добавление раствора реагента к раствору определяемого (титруемого) вещества до точки эквивалентности. Термин «титрование» образовался от слова «титр», что означает содержание реагента в граммах в 1 мл раствора.

Из объемных методов анализа наиболее часто применяют методы, основанные на реакциях нейтрализации, осаждения, окисления-восстановления и комплексообразования.

В соответствии с применяемой реакцией методы объемного анализа получили следующие названия.

Методы нейтрализации (кисотно-основное титрование). Этими методами определяют концентрацию кислот, щелочей, оснований и солей, подвергающихся гидролизу в водных растворах. В основе этих методов лежат реакции:



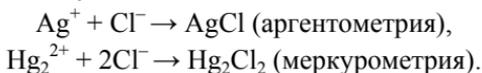
В зависимости от того, какой рабочий раствор применяется для титрования, различают ацидиметрию и алкалиметрию.

В *ацидиметрии* в качестве рабочих растворов применяют 0,1 н. и 0,01 н. стандартные растворы соляной и серной кислот, при *алкалиметрии* 0,1 н. и 0,001 н. стандартные растворы гидроксидов натрия и бария.

Методы осаждения (осадительное титрование) — методы, основанные на реакциях обмена, в результате которых определяемый элемент переходит в осадок.

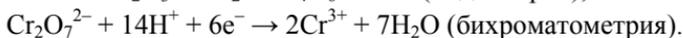
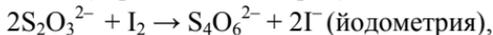
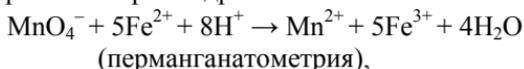
Наиболее важными методами осадительного титрования являются аргентометрия, меркурометрия.

В основе лежат реакции:

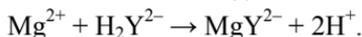


Методы окисления-восстановления (редоксиметрия) — в их основе лежат окислительно-восстановительные процессы.

Методы окисления-восстановления в свою очередь называют по применяемым реагентам: метод перманганатометрии, метод йодометрии, метод хроматометрии и др.:



Методы комплексонометрического титрования основаны на применении реакций, сопровождающихся связыванием определяемых ионов в прочные комплексные соединения:



Операция титрования является основной операцией в объемном анализе.

Различают прямое, обратное титрование и титрование заместителя. При прямом титровании к раствору определяемого вещества добавляют небольшими порциями раствор титранта (рабочего раствора). Установка для титрования приведена на рисунке (рис. 42). Точку эквивалентности определяют индикаторами или физико-химическими методами.

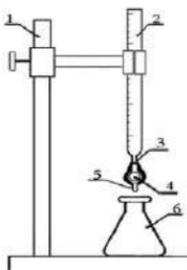


Рис. 42.

Установка для титрования:

- 1 — штатив, 2 — бюретка, 3 — резиновая трубка, 4 — стеклянная бусина,
5 — стеклянный наконечник, 6 — колба Эрленмейера.

По количеству пошедшего на титрование раствора рассчитывают результаты анализа. Так как количество реагента эквивалентно количеству вещества, по объему реагента, вступившего в реакцию, можно рассчитать количество анализируемого вещества.

Зная объем затраченного на титрование рабочего раствора (титранта), легко рассчитать нормальность N анализируемого раствора по формуле

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2, \quad (10)$$

где V_1 — объем взятой для анализа пробы; V_2 — объем рабочего раствора, пошедшего на титрование пробы; N_1 — нормальность анализируемого раствора (титруемого); N_2 — нормальность рабочего раствора.

Нормальность анализируемого раствора:

$$N_1 = (N_2 \cdot V_2) / V_1. \quad (11)$$

При осуществлении обратного титрования к анализируемому раствору добавляют избыток рабочего раствора. При этом проходит реакция, в итоге остается избыток непрореагировавшего реагента, его оттитровывают раствором другого реагента.

Титрование заместителя применяют в тех случаях, когда прямое или обратное титрование невозможно. К веществу добавляют реагент, происходит химическая реакция, в результате которой количественно выделяется продукт реакции. Его титруют рабочими растворами.

Вопросы для самоконтроля:

1. Основные задачи количественного анализа.
2. Основные требования к реакциям, используемым в количественном анализе.
3. Сущность весовых методов анализа.
4. Сущность объемного метода анализа.
5. Основные операции весовых и объемных методов анализа.
6. Дать определение индикаторам.
7. Методы титриметрического анализа.
8. Установка для титрования.
9. Способы фиксирования точки эквивалентности в титриметрическом анализе.
10. Определить титр: а) 0,106 н. раствора гидроксида натрия; б) 0,2 М раствора серной кислоты.

11. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Физико-химические методы исследования основаны на связи между составом исследуемого вещества и каким-либо физико-химическим свойством.

По сравнению с классическими химическими методами физико-химические методы исследования отличаются меньшим пределом обнаружения, временем и трудоёмкостью. Они позволяют проводить анализ на расстоянии, автоматизировать процесс анализа и выполнять его без разрушения образца (недеструктивный анализ).

Физико-химические методы исследования применяют в количественном анализе для решения двух типов задач:

- 1) определение количества вещества по физико-химическим свойствам раствора;
- 2) определение точки эквивалентности объемных методов анализа по изменению физико-химических свойств раствора.

По способам определения различают прямые и косвенные физико-химические методы исследования. В *прямых* методах количество вещества находят непосредственным пересчётом измеренного аналитического сигнала в количество вещества (массу, концентрацию) с помощью уравнения связи. В *косвенных* методах аналитический сигнал используется для установления конца химической реакции (как своеобразный индикатор), а количество определяемого вещества, вступившего в реакцию, находят с помощью закона эквивалентов, т. е. по уравнению, непосредственно не связанному с названием метода.

По способу количественных определений различают безэталонные и эталонные инструментальные методы анализа.

Безэталонные методы основаны на строгих закономерностях, формульное выражение которых позволяет пересчитать интенсивность измеренного аналитического сигнала непосредственно в количестве определяемого вещества с привлечением только табличных величин. В качестве такой закономерности может выступать, например, закон Фарадея, позволяющий по току и времени электролиза рассчитать количество определяемого вещества в растворе при кулонометрическом титровании. *Безэталонных* методов очень мало, поскольку каждое аналитическое определение представляет собой систему сложных процессов, в которых невозможно теоретически учесть влияние каждого из многочисленных действующих факторов на результат анализа. В связи с этим при анализах пользуются определёнными приёмами, позволяющими экспериментально учесть эти влияния.

Наиболее распространённым приёмом является применение эталонов, т. е. образцов веществ или материалов с точно известным содержанием определяемого элемента (или нескольких элементов). При проведении анализа измеряют определяемое вещество исследуемого образца и эталона, сравнивают полученные данные и по известному содержанию элемента в эталоне рассчитывают содержание этого элемента в анализируемом образце. Эталоны могут быть изготовлены промышленным способом (стандартные образцы) или готовят в лаборатории непосредственно перед проведением анализа (образцы сравнения). Если в качестве стандартных образцов применяют химически чистые вещества (примесей меньше 0,05%), то их называют стандартными веществами.

На практике количественные определения инструментальными методами осуществляют по одному из трёх способов: градуировочной функции (стандартных серий), стандартов (сравнения) или стандартных добавок.

В зависимости от того, какое свойство определяют, все физико-химические методы подразделяются на фотометрические, электрометрические, хроматографические и т. п.

В фотометрических методах используется зависимость между составом исследуемого вещества (или материала) и каким-либо оптическим свойством: светопоглощением (колориметрия и др.), светорассеянием (нефелометрия), преломлением света (рефрактометрия), вращением плоскости поляризации света (поляриметрия).

В электрохимических методах пользуются измерениями электрической проводимости (кондуктометрия), равновесных электродных потенциалов (потенциометрия), количества электричества, затраченного на электролитическое выделение вещества (электрогравиметрический анализ) и др.

Хроматографические методы анализа основаны на различиях в адсорбционной способности веществ, а также на распределении их между двумя фазами.

Преимущества физико-химических методов исследования: быстрота исполнения, высокая чувствительность, избирательность, возможность проводить анализы непрерывно.

11.1. Фотометрические методы анализа

Суть фотометрических методов анализа основывается на взаимодействии вещества со средой, а в качестве среды имеют электромагнитные волны оптического диапазона.

Одним из наиболее удобных методов исследования строения, идентификации веществ, количественного анализа является *фотометрический* метод.

Виды фотометрического анализа:

- абсорбционный;
- нефелометрический;
- флуориметрический;
- турбидиметрический;
- рефлектометрический;
- хемилюминисцентный.

В абсорбционном анализе различают фотокolorиметрический и спектрофотометрический методы.

Фотокolorиметрический метод анализа основан на измерении светопоглощения или определения спектра поглощения в приборах — фотокolorиметрах в видимом участке спектра.

Фотозлектроколориметрия — определение концентрации вещества в растворе по изменению силы тока в фотоэлементе при падении на него луча света, прошедшего через исследуемый раствор. При прохождении светового потока через окрашенную прозрачную жидкость часть света поглощается. Степень поглощения света, или коэффициент экстинкции, во многих случаях прямо пропорциональна интенсивности окраски раствора. Окраска раствора зависит от концентрации растворенного в нем вещества: чем выше концентрация, тем интенсивнее окраска и тем больше света поглощает раствор. Степень светопоглощения определяют в приборе фотозлектроколориметре (ФЭК) путем уравнивания интенсивности света, прошедшего через исследуемый окрашенный раствор, и света, прошедшего через контрольную жидкость — бесцветный растворитель исследуемого вещества. По степени светопоглощения определяют содержание вещества в растворе.

При фотозлектроколориметрии изучается зависимость изменения интенсивности светового потока, прошедшего через окрашенный раствор (рис. 43). Чем больше окрашенных частиц в растворе, тем в большей степени поглощается световой поток, тем сильнее падает его интенсивность на выходе из раствора. Изучением этой зависимости занимались ученые П. Бугер, М. Ламберт, А. Бер, которые открыли закон поглощения света, названный именами этих ученых — *закон Ламберта — Бугера — Бера*.

Интенсивность светового потока, прошедшего через слой окрашенного раствора, зависит от концентрации окрашенных частиц в растворе и толщины поглощающего слоя раствора:

$$I = I_0 \cdot 10^{-k \cdot c \cdot l}, \quad (12)$$

где I — интенсивность падающего светового потока; I_0 — интенсивность светового потока, прошедшего через раствор; l — толщина слоя жидкости, через который проходит световой поток; c — концентрация растворенного вещества; k — коэффициент светопоглощения.

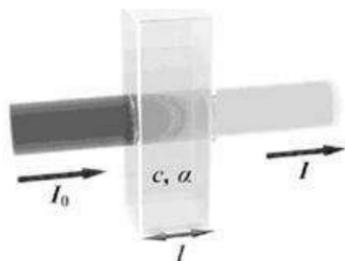


Рис. 43

Прохождение светового потока через кювету с раствором

Логарифм отношения I/I_0 называется *оптической плотностью* D :

$$\lg I/I_0 = D = k \cdot c \cdot l. \quad (13)$$

Отсюда главное следствие закона Бугера — Ламберта — Бера: *оптическая плотность раствора прямо пропорциональна концентрации вещества и толщине поглощающего слоя.*

Спектрофотометрия — метод исследования и анализа веществ, основанный на измерении спектров поглощения в оптической области электромагнитного излучения. Светопоглощение измеряют с помощью фотозлемента по изменению силы тока, возникающего в нем, при падении на фотозлемент светового потока, прошедшего через контрольный, а затем через исследуемый образец. Измерение светопоглощения производится в приборе спектрофотометре, кварцевая призма которого выявляет монохроматические пучки спектра, соответствующие максимуму поглощения исследуемого вещества. С помощью данного метода возможно определение белков в растворах или биологических жидкостях.

Нефелометрия — основана на использовании явлений отражения или рассеивания света неокрашенными частицами, взвешенными в растворе. Метод дает возможность определять очень малые количества вещества, находящиеся в растворе в виде взвеси.

Турбидиметрия — основана на использовании явлений отражения или рассеивания света окрашенными частицами, которые находятся во взвешенном состоянии в растворе. Свет, поглощенный раствором или прошедший через него, измеряют так же, как и при фотокolorиметрии окрашенных растворов. В лабораториях турбидимет-

рическим методом определяют наличие специфических белков в сыроворотке, моче и цереброспинальной жидкости.

К *оптическим* методам анализа относится рефрактометрия.

Рефрактометрия — основана на измерении коэффициента преломления, по которому следует судить о природе вещества, чистоте и содержании в растворах. При переходе светового луча из одной среды в другую изменяется его направление. Это явление носит название *преломления* или *рефракции* света. Оно обусловлено разной скоростью распространения света в различных средах. Угол, образованный направлением падающего луча с нормалью, проведенной через точку падения луча на плоскость раздела, называется *лучом падения*. Угол, образованный направлением преломленного луча с продолжением той же нормали, называется *углом преломления*. Падающий и преломленный лучи лежат с нормалью в одной плоскости. При переходе луча в среду, оптически более плотную, он приближается к нормали, напротив, при переходе, оптически менее плотную, он удаляется от нормали.

Отношение синуса угла падения к синусу угла преломления для данных двух веществ представляет постоянную величину, носящую название показателя, или *коэффициента преломления* второго вещества по отношению к первому:

$$n = \sin\alpha/\sin\beta, \quad (14)$$

где α — *угол падения* луча, т. е. угол между направлением луча в среде (1) и нормалью к плоскости раздела сред (рис. 44); β — *угол преломления*, т. е. угол между направлением луча в среде (2) и нормалью к плоскости раздела сред (рис. 44).

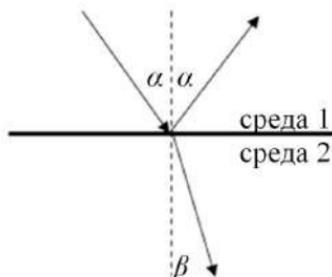


Рис. 44

Преломление луча света на границе сред

Приборы, с помощью которых определяют показатель преломления веществ, носят название *рефрактометров*. При работе на рефрактометре сначала замеряют показатель преломления растворителя,

затем — раствора. Определение концентрации вещества в растворе ведут с помощью калибровочного графика, по рефрактометрическому фактору, либо с помощью таблиц показателей преломления.

В лабораториях с помощью рефрактометрии проводится анализ на содержание сахара в моче, сыворотке крови и других биологических средах.

Поляриметрия — основана на измерении вращения плоскости поляризации. Вещества, обладающие свойством изменять направление колебаний при прохождении через них поляризованного света, называются оптически активными. У поляризованного луча, пропущенного через слой раствора оптически активного вещества, меняется направление колебаний, а плоскость поляризации оказывается повернутой на некоторый угол, называемый углом поворота плоскости поляризации, который зависит от поворота плоскости поляризации, концентрации и толщины слоя раствора, длины волны поляризованного луча и температуры.

К оптическим относятся также следующие методы:

Люминесцентный или флуоресцентный анализ — основан на флуоресценции веществ, которые подвергаются облучению ультрафиолетовым светом. При этом измеряется интенсивность излучаемого или видимого света.

Пламенная фотометрия (фотометрия пламени) — основана на распылении раствора исследуемых веществ в пламени, выделении характерного для анализируемого элемента излучения и измерении его интенсивности.

Эмиссионный спектральный анализ — основан на наблюдении линейчатых спектров, излучаемых парами веществ при их нагревании в пламени газовой горелки, искры или электрической дуге. Метод дает возможность определять элементный состав веществ.

11.2. Электрометрические методы анализа

Электрометрические методы анализа — это совокупность методов качественного и количественного анализа, основанных на электрохимических явлениях, происходящих в исследуемой среде. Электрохимические процессы происходят на границе раздела фаз, где может происходить электродная реакция между компонентами этих фаз. В результате реакции электрический заряд переходит из одной фазы в другую, и на границе раздела фаз устанавливается потенциал.

Сущность электрометрических методов: в анализе используется зависимость величины измеряемых параметров электрохимических

процессов (разность потенциалов, сила тока, количество электричества) от концентрации определяемого вещества в исследуемом растворе и участвующем в электрохимическом процессе.

Электрохимические процессы - процессы, которые сопровождаются одновременным протеканием химических реакций и изменением электрических свойств системы.

Электрохимическая система обычно содержит *электрохимическую ячейку*. Это сосуд с электропроводящим анализируемым раствором, в который погружены электроды.

Разновидностями метода являются электрогравиметрический анализ (электроанализ), полярографический анализ, кулонометрия и др. В частности, электрогравиметрический анализ основан на взвешивании вещества, выделяющемся на одном из электродов.

Электротитриметрические методы используют при титровании окрашенных и мутных растворов, растворов слабых кислот и оснований, смесей окислителей и восстановителей, либо когда нет подходящих индикаторов.

Классификация электротитриметрических методов анализа:

1. По способу применения:

а) *прямые*, в которых концентрацию веществ определяют по показанию прибора;

б) *косвенные* (потенциометрическое титрование), где точку эквивалентности фиксируют по изменению потенциала индикаторного электрода.

2. В зависимости от типа явлений, измеряемых в процессе анализа, различают две группы электротитриметрических методов:

а) *Методы без наложения постороннего потенциала*, основанные на измерении разности потенциалов, которая возникает в электрохимической ячейке, состоящей из электродов и сосуда с исследуемым раствором. Эту группу методов называют *потенциометрическими*.

б) *Методы с наложением постороннего потенциала, основанные на измерении:*

а) *кондуктометрия* — измерение электрической проводимости растворов в зависимости от концентрации ионов в этом растворе;

б) *кулонометрия* — измерение количества электричества, прошедшего через раствор;

в) *вольт-амперометрия* — измерение зависимости величины тока от приложенного потенциала;

г) *электрогравиметрический метод* — основан на измерении массы продукта электрохимической реакции и т. д.

Одним из важнейших электрометрических методов является *потенциометрия*. В основе потенциометрии лежит определение активности (концентрации) вещества (иона), основанное на измерении потенциала. Измерение разности потенциалов производят специальными приборами — потенциометрами (рис. 45).

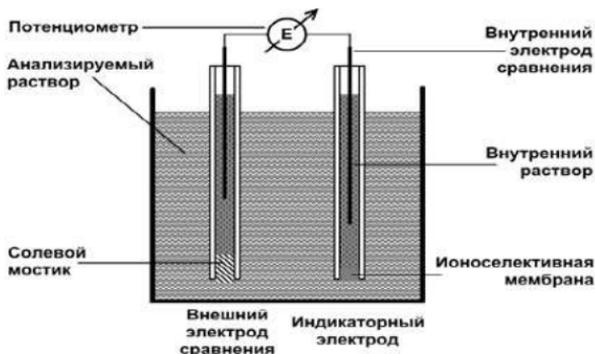


Рис. 45.

Схема потенциометра

В основе потенциометрического метода лежит *уравнение Нернста*, которое связывает окислительно-восстановительный потенциал системы с активностями веществ, и стандартными электродными потенциалами окислительно-восстановительных пар:

$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln \frac{a_{\text{Ox}}}{a_{\text{Red}}}, \quad (15)$$

где E — электродный потенциал, E^0 — стандартный электродный потенциал, измеряется в вольтах; R — универсальная газовая постоянная, равная 8.31 Дж/(моль·К); T — абсолютная температура; постоянная Фарадея, равная 96485,35 Кл·моль⁻¹; число моль электронов, участвующих в процессе; a_{Ox} и a_{Red} — активности соответственно окисленной и восстановленной форм вещества, участвующего в полуреакции.

Для потенциометрического определения концентрации вещества в растворе применяют как прямую потенциометрию, так и потенциометрическое титрование.

Прямая потенциометрия основана на измерении разности потенциалов между разнородными электродами, опущенными в раствор с определяемым веществом. Потенциометрические измерения проводят, опуская в раствор два электрода: *индикаторный электрод*, потенциал которого зависит от концентрации определяемого (потен-

циалоопределяющего) вещества в анализируемом растворе и *электрод сравнения*, потенциал которого в условиях проведения анализа остается постоянным.

Величина ЭДС, возникающая в ячейке, равна разности потенциалов этих двух электродов. Поскольку потенциал электрода сравнения в условиях проведения потенциометрического определения остается постоянным, ЭДС зависит только от потенциала индикаторного электрода, т. е. от активности (концентрации) тех или иных ионов в растворе. На этом и основано потенциометрическое определение концентрации данного вещества в анализируемом растворе.

В методе прямой потенциометрии концентрацию анализируемого вещества определяют с помощью построения *градуировочного графика*.

Для определения уровня pH в лабораториях различного профиля используют современные приборы — pH-метры. Они позволяют быстро и точно измерить уровень кислотности биологических жидкостей (кровь, моча), кислотность атмосферных осадков, также определить наличие анионов, ионов металлов (ионометрия). В качестве индикаторных электродов в ионометрии используют мембранные ионоселективные электроды. С их помощью можно определить катионы щелочных и щелочно-земельных металлов, а также железа, никеля, кадмия. Кроме того, возможно определение галогенид-анионов, сульфид-анионов и др.

Шкала прибора градуирована в значениях pH, поскольку измеренная ЭДС оказывается пропорциональна pH.

В pH-метр встроены два электрода: индикаторный (стеклянный) и электрод сравнения (хлорсеребряный). Градуировку pH-метра делают по буферным растворам с известной pH.

Современные модели pH-метров не только измеряют концентрацию ионов в среде, но и обладают встроенной памятью для сохранения результатов, возможностью связи с компьютером.

К достоинствам прямой потенциометрии относятся простота и быстрота проведения измерений. Для измерений требуются небольшие объемы растворов.

Потенциометрическое титрование — способ определения объема титранта, затраченного на титрование определяемого вещества в анализируемом растворе.

Для потенциометрического титрования собирают установку, состоящую из стакана с анализируемым раствором, электродов сравнения и индикаторных электродов, бюретки. В стакан отмеривают определенный объем титруемого раствора и порциями

(по 1 мл) добавляют титрант. В ходе титрования измеряют и записывают ЭДС электрохимической ячейки после добавления каждой порции титранта.

При потенциометрическом титровании вблизи точки эквивалентности величина потенциала индикаторного электрода резко изменяется, так как резко изменяется концентрация титруемого раствора. Это является *признаком конца титрования*. Разность потенциалов между электродами измеряют с помощью потенциометра.

Используя полученные данные, строят кривую потенциометрического титрования — график зависимости потенциала электрода от объема прибавленного титранта.

При потенциометрическом титровании не требуется использование индикаторов, изменяющих окраску вблизи точки эквивалентности.

При потенциометрическом титровании используют химические реакции, в ходе которых изменяется концентрация потенциалопределяющих ионов: реакции кислотно-основного взаимодействия, окислительно-восстановительные реакции, а также реакции комплексообразования и осаждения.

В качестве индикаторных используют стеклянный, ртутный, ион-селективный, платиновый, серебряный электроды, а в качестве электродов сравнения — каломельный, хлорсеребряный, стеклянный.

Главное преимущество метода — высокая точность, большая чувствительность; титрование можно проводить в мутных, окрашенных, неводных средах. Результаты анализов отличаются объективностью, лабораторные измерения можно проводить непрерывно, при этом отсутствует индикаторная ошибка.

В лабораторной практике потенциометрию используют для количественного определения кислотности желудочного сока, мочи, концентрации сахара в крови, используя современные автоматические потенциометры, рН-метры (стационарные и портативные). В клиничко-диагностических лабораториях потенциометрическое титрование используют для приготовления точных растворов кислот, оснований.

11.3. Хроматографические методы анализа

Хроматография — метод разделения и анализа смеси веществ в системе двух контактирующих несмешивающихся фаз, из которых одна — подвижная, перемещается относительно другой — неподвижной. Подвижной фазой могут служить жидкость или газ, которые

несут анализируемую смесь. Подвижная фаза протекает под давлением через слой неподвижной фазы. Неподвижной фазой является твердый адсорбент, покрытый слоем высококипящей жидкости или просто водой.

Хроматография — физико-химический процесс, основанный на различии в скоростях движения отдельных компонентов смеси через неподвижную фазу под влиянием подвижной. Она основана на сорбционных процессах.

Сорбция — поглощение газов, паров или растворенных веществ твердыми или жидкими поглотителями (сорбентами). Обратный процесс — десорбция. Разделяемые вещества перемещаются через слой неподвижного сорбента (неподвижной фазы) вместе с подвижной фазой (жидкой или газообразной) с различной скоростью по причине различной сорбируемости. Сорбция — общее понятие, включает в себя адсорбцию и абсорбцию. Адсорбция — поглощение на поверхности фазы, а абсорбция — поглощение в объеме фазы. Элюция — десорбция с помощью жидкости (жидкости или растворы называют элюенты).

Особенность хроматографических методов состоит в многократном повторении процессов сорбции и десорбции.

Хроматография может быть использована в качественном и количественном анализе, в медицине — для ранней диагностики заболеваний, изучения метаболизма лекарств и пищевых продуктов, в экологии — для анализа компонентов органических загрязнителей в атмосфере городов, в спортивной медицине — для осуществления допингового контроля на спортивных соревнованиях, а также для поиска психотропных веществ в организме человека.

Чаще всего используют классификацию методов хроматографии, в основу которой положены следующие признаки:

- агрегатное состояние подвижной и неподвижной фаз;
- механизм взаимодействия вещества с сорбентом;
- техника выполнения анализа (способ оформления процесса);
- способ хроматографирования (способ продвижения вещества через колонку);
- цель хроматографирования.

В зависимости от агрегатного состояния фаз различают газовую хроматографию (подвижная фаза-газ или пар) и жидкостную (подвижная фаза-жидкость).

По механизму взаимодействия вещества с сорбентом различают следующие виды хроматографии: адсорбционная, ионообменная, осадочная, окислительно-восстановительная, распределительная и др.

В зависимости от способа оформления процесса различают колоночную и плоскостную хроматографию. В колоночной хроматографии процесс разделения ведут в колонках, заполненных сорбентом. Плоскостная хроматография включает в себя две разновидности: хроматографию на бумаге и тонкослойную хроматографию на пластинках.

В зависимости от способа хроматографирования различают следующие виды хроматографии:

- элюэнтная (проявительная) хроматография,
- вытеснительная,
- фронтальная.

Чаще всего используется проявительный способ хроматографирования. Он заключается в том, что в непрерывный поток подвижной фазы (элюента) вводят смесь веществ, которые сорбируются лучше элюента. По мере движения элюента через колонку с сорбируемыми веществами они перемещаются вдоль слоя сорбента с различной скоростью и, наконец, выходят из нее отдельными зонами, разделенными элюентом.

Вытеснительный способ хроматографирования заключается в том, что в поток подвижной фазы вводят смесь веществ, а затем начинают непрерывно пропускать поток вещества-вытеснителя, которое сорбируется сильнее всех остальных веществ. По мере того, как вытеснитель продвигается по колонке, он постепенно вытесняет из нее (десорбирует) сорбированные компоненты смеси в порядке увеличения их сорбционной способности.

Фронтальный способ хроматографирования заключается в том, что анализируемую смесь веществ непрерывно пропускают через смесь сорбента. По мере заполнения колонки веществами они начинают выходить в порядке увеличения их сорбционной способности.

По цели проведения хроматографического процесса различают следующие виды хроматографии: аналитическую — самостоятельный метод разделения, качественного и количественного анализа веществ; препаративную хроматографию для выделения чистых веществ из смесей.

Хроматография — наиболее распространенный, надежный и универсальный метод разделения самых разнообразных смесей. Преимущества метода состоят в высокой разделяющей способности веществ, простоте проведения анализа, большом количестве методических материалов, возможности автоматизации процесса, наличии программного обеспечения. Следует отметить экспрессность хроматографического разделения и возможность исследования малых доз вещества.

К недостаткам метода можно отнести высокую стоимость оборудования и необходимость тщательной пробоподготовки. Кроме того, этот метод ограниченно применим для образцов, содержащих воду.

Качественной характеристикой в хроматографии является какой-либо параметр удерживания (время, объем, расстояние, фактор удерживания) или специфический отклик в процессе детектирования (цвет пятна, наличие сигнала селективного детектора и др.). При хроматографическом анализе применяются методы внешнего стандарта, калибровки, внутреннего стандарта, метод добавок и др.

В лабораторной практике широко используется газовая хроматография — метод разделения сложных соединений, основанный на распределении вещества между двумя фазами, одна из которых *стационарная*, а другая — *газ*, протекающий через неподвижную фазу. Если стационарная фаза твердая, то это газо-адсорбционная (газо-твердофазная) хроматография. Если жидкость, то это газожидкостная хроматография.

В качестве подвижной фазы используется инертный газ (газ-носитель), протекающий через неподвижную фазу с большой поверхностью: азот, гелий и др. Газ-носитель не реагирует с неподвижной фазой и разделяемыми веществами. В качестве неподвижной фазы в газо-адсорбционной хроматографии используется твердый носитель: оксид алюминия, силикагель, а в газожидкостной хроматографии — жидкость, нанесенная на поверхность инертного носителя.

Возможности метода: разделение сложных смесей, контроль окружающей среды, качественный и количественный анализ, возможность определения концентрации порядка 10%.

В газовой хроматографии используется прибор — хроматограф принципиальная схема которого состоит из следующих блоков: источник газа-носителя (подвижной фазы), регулятор расхода газа-носителя, устройство ввода пробы, хроматографическая колонка (должна находиться в термостате), детектор, электронный усилитель, регистрирующий прибор, подключенный к компьютеру, расходомер (рис. 46).

При выходе из колонки детектором фиксируется какое-либо физическое или физико-химическое свойство элюэнта, зависящее от наличия в нем анализируемых веществ, и записывается в виде хроматограммы, которая имеет вид пиков (в большинстве случаев). Измеряется какой-либо параметр (площадь пика, высота пика и т. д.), пропорционального концентрации.

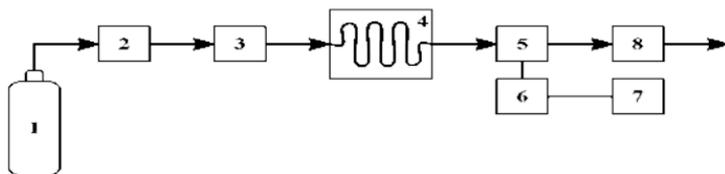


Рис. 46

Схема газового хроматографа:

- 1 — источник газа-носителя, 2 — регулятор расхода газа-носителя, 3 — устройство ввода пробы, 4 — хроматографическая колонка в термостате, 5 — детектор, 6 — электронный усилитель, 7 — регистрирующий прибор (самописец, компьютер), 8 — расходомер.

Для разделения очень малых количеств веществ особенно успешно используется метод *тонкослойной хроматографии*. Тонкослойная хроматография проводится в тонком слое какого-либо сорбента, нанесенного на стеклянную или металлическую пластинку. Она применяется для быстрого разделения веществ, которое может быть основано на адсорбции, абсорбции или ионном обмене в зависимости от характера сорбента и растворителей. Разделение веществ методом распределительной хроматографии на бумаге основано на различии коэффициентов распределения этих веществ между двумя несмешивающимися жидкостями, одна из которых находится в виде неподвижной фазы в порах бумаги (чаще всего вода). Качественной характеристикой в плоскостной хроматографии является фактор удерживания R_f , который определяется как отношение расстояния на бумаге (пластинке) от стартовой линии до центра пятна компонента к расстоянию от старта до фронта растворителя. Чем сильнее взаимодействует вещество с сорбентом, тем меньше значение R_f . Полуколичественные определения проводят на основании интенсивности пятен или их площади на бумаге или пластинке.

Метод ионной хроматографии основан на использовании явления ионного обмена между неподвижной фазой — ионообменником (сорбентом) — и подвижной фазой — раствором, содержащим ионы, обмениваемые с ионами сорбента.

Ионный обмен — это гетерогенный процесс, при котором сорбент и находящийся с ним в контакте раствор *обратимо и стехиометрически* обменивается одноименно (одного и того же знака) заряженными ионами.

В качестве сорбентов используют ионообменники — *иониты*, представляющие собой обычно нерастворимые в воде твердые фазы. Иониты состоят из матрицы, в которой распределены ионогенные

группы, включающие фиксированные, прочно связанные в матрице ионы, и менее прочно связанные противоионы (т. е. ионы противоположного знака), способные к отщеплению от ионита и к переходу в раствор. Эти противоионы могут обмениваться с одноименными (катионы — с катионами, анионы — с анионами) ионами раствора.

Иониты, обменивающиеся катионами раствора, называются *катионитами (катионообменниками)*, а иониты, обменивающиеся анионами раствора, — *анионитами (анионообменниками)*. Разделение ионов осуществляется за счет различной способности разделяемых ионов к ионному обмену с ионитом.

Ионообменная хроматография используется для количественного определения, получения кислот, оснований, солей, для выделения редкоземельных металлов, при анализе многих лекарственных препаратов.

Вопросы для самоконтроля:

1. Основа физико-химических методов анализа.
2. Классификация физико-химических методов анализа.
3. Указать измеряемые свойства, лежащие в основе оптических, хроматографических и потенциометрических методов анализа.
4. Колориметрический метод анализа.
5. Закон Ламберта — Бугера — Бера.
6. Объяснить явление сорбции.

12. ПОНЯТИЕ О ПОГРЕШНОСТЯХ И ОШИБКАХ

На любом из перечисленных этапов количественного анализа могут быть допущены и, как правило, допускаются ошибки и погрешности, поэтому, чем меньшее число этапов имеет анализ, тем точнее его результаты.

Ошибки анализа появляются вследствие разных причин, но наиболее часто при следующих операциях:

1. Ошибки взвешивания и отмеривания.
2. Индикаторные ошибки.
3. Капельная ошибка.
4. Кислотно-основная ошибка.

Ошибки взвешивания и отмеривания. Используемые в анализе мерная посуда и аналитические весы могут иметь погрешности. Мерная посуда имеет погрешность в несколько десятых и сотен долей миллилитра. Аналитические весы имеют точность до четвертого знака после запятой. Поэтому перед началом исследований необходимо определить точность аналитических весов и провести калибровку мерной посуды.

Индикаторные ошибки. Известно, что индикаторы, которые используют в объемном анализе, изменяют свой цвет не точно в точке эквивалентности, что может привести к появлению индикаторной ошибки. Например, индикатор метиловый оранжевый изменяет окраску при $\text{pH} = 4$, а точка эквивалентности при титровании сильной кислоты сильным основанием возникает при $\text{pH} = 7$.

Капельная ошибка. Объем одной капли при титровании 0,02–0,03 мл, поэтому, если на титрование идет небольшой объем титранта, то может появиться капельная ошибка.

Кислотно-основная ошибка может возникнуть при титровании слабых кислот и слабых оснований. Она возникает из-за неполной диссоциации таких кислот и оснований.

Чтобы избежать ошибок при титровании следует проводить его не менее трех раз, аккуратно проводить анализ, последние порции титранта добавлять по каплям.

Различают также *абсолютные* и *относительные* ошибки.

Абсолютная ошибка — отклонение результата отдельного измерения от истинного значения.

Относительные ошибки выражают в процентах от результата анализа.

Погрешностью измерения называют отклонение результата измерений x_i от истинного значения измеряемой величины x .

Разность $x_i - x = \Delta x_i$ называется *абсолютной погрешностью*, а отношение $(\Delta x_i / x)100\%$ называется *относительной погрешностью*.

Погрешности результатов количественного анализа подразделяют на *грубые (промахи), систематические и случайные*. На их основе проводят оценку качества полученных результатов анализа. Параметрами качества являются их *правильность, точность, воспроизводимость и надежность*.

Результат анализа считается *правильным*, если у него нет грубой и систематической погрешности. Если случайная погрешность сведена к минимуму, то результат анализа считается *точным*, соответствующим истинному. Для получения точных результатов измерения количественные определения повторяют несколько раз (обычно нечетное).

Грубыми погрешностями (промахами) называются те, которые приводят к резкому отличию результата повторного измерения от остальных. Причинами промахов являются грубые оперативные ошибки аналитика (например, потеря части осадка при его фильтровании или взвешивании, неправильное вычисление или запись результата). Промахи выявляют среди серии результатов повторных измерений, как правило, с помощью *Q-критерия*. Для его расчета результаты выстраивают в ряд по возрастанию: $x_1, x_2, x_3, \dots, x_{n-1}, x_n$. Сомнительным обычно является первый или последний результат в этом ряду.

Q-критерий вычисляют как отношение взятой по абсолютной величине разности сомнительного результата и ближайшего к нему в ряду к разности последнего и первого в ряду. Разность $x_n - x_1$ называют *размахом варьирования*.

$$Q = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n - x_1} \quad (16)$$

Например, если сомнителен последний результат в ряду, то для выявления промаха рассчитанное для него Q сравнивают с табличным критическим значением $Q_{табл}$, приведенным в аналитических справочниках. Если Q больше $Q_{табл}$, то сомнительный результат исключают из рассмотрения, считая промахом. Промахи должны быть выявлены и устранены.

Систематическими погрешностями считают те, которые приводят к отклонению результатов повторных измерений на одну и ту же только положительную или отрицательную величину от истинного значения. Их причиной может быть неправильная калибровка измерительных приборов и инструментов, примеси в применяемых реактивах, неправильные действия (например, выбор индикатора) или

индивидуальные особенности аналитика (например, зрение). Систематические погрешности могут и должны быть устранены. Для этого используют:

1) получение результатов количественного анализа несколькими различными по природе методами;

2) обработку методики анализа на стандартных образцах, т. е. материалах, содержание определяемых веществ в которых известно с высокой точностью;

3) метод добавок (метод «введено-найдено»).

Случайные погрешности — это те, которые ведут к незначительным отклонениям результатов повторных измерений от истинного значения по причинам, возникновение которых выяснить и учесть невозможно (например, колебания напряжения в электросети, настроение аналитика и т. п.). Случайные погрешности вызывают разброс результатов повторных определений, проведенных в идентичных условиях. Разброс определяет воспроизводимость результатов, т. е. получение одинаковых или близких результатов при повторных определениях.

Статистическая обработка результатов анализа

Количественной характеристикой воспроизводимости является *стандартное отклонение* S , которое находят методами математической статистики. Для небольшого числа измерений (малой выборки) при $n = 1-10$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}. \quad (17)$$

Выборкой называют совокупность результатов повторных измерений. Сами результаты называют *вариантами выборки*.

При обработке результатов анализа обычно представляют следующие данные:

n — число измерений,

x_i — результат одного измерения,

\bar{x} — результат среднего значения,

$x_i - \bar{x}$ — разность значения единичного значения и среднего,

$(x_i - \bar{x})^2$ — квадрат разности,

$\sum (x_i - \bar{x})^2$ — сумма квадратов разности,

$t_{p,f}$ — коэффициент Стьюдента,

$\varepsilon = t_{p,f} S_{\bar{x}}$ — границы доверительного интервала среднего значения,

ния,

$\bar{x} \pm \varepsilon$ — результат анализа.

Вопросы для самоконтроля:

1. Виды ошибок количественного анализа.
2. Систематические и случайные погрешности.
3. Способы устранения систематических погрешностей.
4. *Задача.* При анализе 0,3040 г соли сульфата железа найдено 0,3010 г. Найти абсолютную и относительную ошибки.

ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ

Лабораторная работа № 1. Лабораторная посуда и вспомогательные принадлежности

Часть 1. Лабораторная посуда общего и специального назначения

Зарисовать в тетради все виды стеклянной и фарфоровой посуды общего и специального назначения.

Указать названия и назначение посуды.

Изучить устройство штатива. Закрепить в лапке штатива пробирку, придать ей сначала горизонтальное, затем вертикальное положение. Опустить лапку ниже выбранного положения, научиться оперировать винтами штатива.

Часть 2. Определение цены деления; работа с мерной лабораторной посудой

Определить цену деления выданного мерного цилиндра, микробюретки, градуированной пипетки.

Отмерить 5 мл дистиллированной воды пипеткой Мора.

Отмерить 3,5 мл, 7,8 мл — градуированной пипеткой.

Часть 3. Выполнение пипетирования при проведении лабораторных исследований

Установить дозируемый объем пипетки 1 мкл вращением головки плунжера. После установки требуемого объема дозирования закрепить легким вращательным движением наконечник на конусообразном конце пипетки. Выполнить прямое пипетирование:

- 1) нажать на операционную кнопку до первой остановки;
- 2) погрузить наконечник пипетки в дозируемый раствор на глубину около 1 см и плавно отпустить кнопку;
- 3) вынуть пипетку из раствора, коснувшись кончиком наконечника края посуды для удаления избытка жидкости снаружи наконечника;
- 4) выпустить набранную жидкость в приемный сосуд (колбу), мягко нажимая на кнопку до первой остановки. После короткой паузы дожать операционную кнопку до второй остановки. После этого действия наконечник полностью опустошается;
- 5) вынуть пипетку из приемного сосуда и мягко отпустить кнопку в исходное положение;
- 6) повторить пипетирование.

Лабораторная работа № 2.

Изучение нагревательных приборов

1. Изучить назначение и режимы работы нагревательных приборов, находящихся в лаборатории: спиртовка, электроплитки (с открытой и закрытой спиралью), термостат, сушильный шкаф, пробирко-нагреватель, колбонагреватель, нагревательная плита, водяная и песочная бани.
2. Запомнить правила работы.
3. Изучить технику безопасности при работе с нагревательными приборами.
4. Используя водяную баню, нагреть полученный раствор до температуры 40°C.
5. Поместить круглодонную колбу с водой в колбонагреватель, установить термометр, нагреть до температуры 60°C.
6. Используя нагревательную плиту, нагреть колбу Эрленмейера с раствором хлорида натрия до температуры 50°C.
7. Заправить спиртовку и зажечь ее. Погасить спиртовку, закрыв ее колпачком. Зарисовать спиртовку в тетради.

Лабораторная работа № 3. Микроскопы, их виды.

Техника микроскопии

Часть 1. Устройство микроскопа

1. Осмотреть микроскоп. Показать и назвать все детали механической части микроскопа. Записать их.
2. Ослабить винт головки микроскопа и повернуть тубус вправо и влево.
3. Показать и назвать все детали оптической части микроскопа. Записать их.
4. Опустить конденсор, немного ослабить винт, удерживающий конденсор в гильзе.
5. Осмотреть конденсор, открыть и закрыть диафрагму с помощью рычажка.
6. Показать на микроскопе и назвать все части увеличивающей системы. Записать их.
7. Поставить микроскоп на малое увеличение, заменить его большим.

Часть 2. Техника микроскопии

1. Включить осветитель (выбрать освещенное место).
2. Поставить соответствующие объектив и окуляр, осветить его с помощью зеркала.

3. Приготовить нативный препарат для микроскопии.
4. Рассмотреть нативный препарат под малым увеличением.
5. Рассмотреть мазок крови.
6. Снять кожуру с луковицы. Отделить тонкую пленку, находящуюся под ней и растянуть ее на предметном стекле.
7. Рассмотреть растительные клетки.
8. После работы привести микроскоп в порядок и спрятать в шкаф.

Лабораторная работа № 4. **Фильтрация и центрифугирование**

1. Собрать установку для фильтрации. Взять фильтровальную бумагу. Сложить простой фильтр, вложить в воронку, смочить его водой и плотно приложить к стеклу.

2. Сложить два складчатых фильтра.

3. В стакан вместимостью 400 мл поместить 100 мл 2% раствора нитрата свинца. Аккуратно по стенке при одновременном помешивании раствора стеклянной палочкой прилить 50 мл 5% раствора сульфата натрия. Выпавшему осадку сульфата свинца дать отстояться и профильтровать через простой фильтр, соблюдая все правила фильтрации. Промыть осадок 3 раза декантацией, перенести на фильтр и промыть 5 раз на фильтре. Осадок промыть холодной дистиллированной водой.

4. В центрифужную пробирку поместить 5 капель раствора хлорида бария, добавить 5 капель раствора сульфата натрия. Пробирку поместить в центрифугу на 2 мин. Отделить прозрачный раствор пипеткой (капилляром).

5. Оформить отчет, сформулировать выводы.

Лабораторная работа № 5. Химические реактивы

1. Собрать установку для фильтрации горячего раствора. Приготовить складчатый фильтр.

2. Для очистки использовать соль нитрат калия (растворимость нитрата калия резко меняется с изменением температуры).

Нитрат калия массой 70 г растворить в стакане вместимостью 200–250 мл при нагревании в 100 мл дистиллированной воды. Горячий раствор быстро профильтровать через складчатый фильтр. Полученный раствор охладить в воде со льдом. Выпавшие кристаллы отфильтровать и высушить при температуре 100–110°C.

3. Поместить соль в склянку для хранения реактивов. Подписать этикетку для хранения.

Лабораторная работа № 6.

Лабораторные весы, техника взвешивания

Задание 1. Открыть ящик с разновесом, рассмотреть, запомнить порядок расположения.

Задание 2. Достать гирьки и подсчитать общую массу:

а) 20 г, 3 г, 200 мг, 100 мг, 20 мг, 10 мг;

б) 10 г, 1 г, 50 г.

Задание 3. Достать гирьки, соответствующие массе: а) 24,70 г; б) 50,84 г.

Задание 4. Набрать разновес и зарисовать 2,37 г; 3,14 г; 0,54 г.

Задание 5. Взвесить на аптечных весах 0,52 г хлорида натрия.

Проверить массу навески на аналитических весах.

Найти абсолютную и относительную ошибки взвешивания.

Лабораторная работа № 7.

Приготовление растворов различной концентрации

Часть 1. Измерение физических констант

1. Взять чистый стеклянный цилиндр. Сухой и чистый ареометр поместить в сосуд с жидкостью, соблюдая правила.

2. Дождаться, пока ареометр полностью не остановится.

3. Считать значения плотности по шкале ареометра по нижнему краю мениска.

4. Записать показания.

5. Повторить замеры еще 2 раза с интервалом 2–3 мин. После каждого измерения записать значение плотности. Вывести среднее показание ареометра.

6. Определить плотность выданных растворов: молоко, вода, раствор соли, растворы кислоты и щелочи.

7. Оформить отчет.

Часть 2. Приготовление растворов технической и аналитической концентрации

1. Составить алгоритм для приготовления раствора технической концентрации.

2. Рассчитать и приготовить 50 г 8% раствора хлорида калия.

3. Приготовить для хранения.

4. Составить алгоритм для приготовления раствора аналитической концентрации.

5. Рассчитать и приготовить 250 мл 0,02 н. раствора хлорида калия по точно взятой навеске.

6. Приготовить для хранения.

Лабораторная работа № 8. Основы качественного анализа

Часть 1. Качественный анализ катионов I, II, III, IV, V, VI групп Лабораторную работу оформить в виде таблицы.

Таблица 4

Пример оформления лабораторной работы

№	Катион (анион)	Реактив	Уравнение реакции	Аналитический эффект	Условия реакции

Провести эксперимент, ход эксперимента занести в таблицу.

1. Анализ катионов I группы (ход эксперимента)

Реакции катиона натрия

Реакция с дигидроантимонатом калия. 5 капель раствора хлорида натрия внести в пробирку, добавить 5 капель дигидроантимоната калия и потирают стенки пробирки стеклянной палочкой. Выпадает осадок. Записать уравнение реакции, фиксировать цвет осадка.

Реакция с пикриновой кислотой. 5 капель раствора хлорида натрия внести в пробирку, добавить 5 капель дигидроантимоната калия. Выпадает осадок (желтые игольчатые кристаллы). Записать уравнение реакции, фиксировать цвет осадка.

Реакции катиона калия

Реакция с гидротартратом натрия. 5 капель раствора хлорида натрия внести в пробирку, добавить 5 капель гидротартрата натрия и потереть стенки пробирки стеклянной палочкой. Выпадает осадок. Записать уравнение реакции, фиксировать цвет осадка.

Реакция с гексанитрокобальтатом (III) натрия. Поместить в пробирку 3 капли раствора хлорида калия и добавить 3 капли гексанитрокобальтата (III) натрия.

Реакции катиона аммония

Реакция со щелочами. 5 капель раствора хлорида аммония внести в пробирку, добавляют 5 капель гидроксида калия. В верхнюю часть пробирки внести влажную лакмусовую бумажку. Наблюдать изменение цвета.

Реакция с реактивом Несслера. К одной капле раствора хлорида аммония добавить 1 каплю реактива Несслера. Записать реакцию, указать цвет осадка.

2. Анализ катионов II группы

Общая реакция с соляной кислотой

В три пробирки помещают по 3 капли раствора соляной кислоты, затем в первую добавляют 3 капли раствора нитрата серебра, во

вторую — 3 капли раствора нитрата ртути (I), в третью — 3 капли ацетата свинца. Наблюдают выпадение осадков.

В первую пробирку добавляют 5–7 капель раствора аммиака, перемешивают, наблюдают растворение осадка.

Во вторую пробирку добавляют 3–4 капли раствора аммиака — осадок чернеет.

Третью пробирку с осадком хлорида свинца нагревают, при этом осадок растворяется. При его охлаждении — осадок вновь выпадает.

Реакции катиона серебра

Реакция с йодидом калия. К 3 каплям раствора нитрата серебра добавляют 3 капли раствора йодида калия.

Реакции с хроматом калия, тиосульфатом натрия, гидроксидом натрия. Проводят аналогично.

Реакция восстановления с альдегидом. В чистую пробирку помещают 3 капли нитрата серебра, 3 капли гидроксида аммония, 3 капли 10% формальдегида, нагревают пробирку. Наблюдают реакцию «серебряного зеркала».

Реакции катиона свинца

Реакции с йодидом калия, хроматом калия, щелочами проводят, смешивая 3 капли нитрата свинца с 3 каплями соответствующего реактива.

3. Анализ катионов III группы

Общая реакция с серной кислотой

В две пробирки налить по 3 капли растворов хлорида бария и хлорида кальция и добавить в каждую пробирку по 3 капли раствора серной кислоты. (Для понижения растворимости осадка в пробирку с сульфатом кальция можно добавить 3–5 капель этилового спирта.)

Реакции катиона бария

Реакция катиона бария с оксалатом аммония, с хроматом калия. Добавить к 3 каплям раствора хлорида бария 3 капли раствора реактива.

Реакции катиона кальция

Реакция катиона кальция с оксалатом аммония. Добавить к 3 каплям раствора хлорида бария 3 капли раствора реактива.

Реакция с гексациано (II) ферратом калия. Смешать 3 капли раствора хлорида кальция с 3 каплями раствора хлорида аммония и 3 каплями гидроксида аммония (нагреть), добавить 3 капли раствора гексациано (II) феррата калия.

4. Анализ катионов IV группы

Общая реакция с гидроксидом натрия

В пробирки наливают по 4 капли растворов хлорида алюминия, хлорида хрома, хлорида цинка, хлорида олова, арсената натрия и добавляют по 4 капли раствора гидроксида натрия. Наблюдают выпадение осадков. Далее к осадкам добавляют еще по 6 капель раствора гидроксида натрия.

Реакция катиона алюминия

Реакция с гидроксидом аммония. К 3 каплям раствора хлорида алюминия добавляют 3 капли раствора гидроксида аммония, перемешивают содержимое пробирки, вновь добавляют 5 капель раствора аммиака.

Реакция катиона хрома

Реакция с гидроксидом аммония. К 3 каплям раствора соли хрома (III) добавляют 3 капли раствора гидроксида аммония, перемешивают содержимое пробирки, к осадку добавляют 6 капель раствора гидроксида аммония.

Реакция катиона цинка

Реакция с гидроксидом аммония. К 3 каплям раствора соли цинка (хлорид или сульфат) добавляют 3 капли раствора гидроксида аммония, затем к осадку добавляют 6 капель раствора гидроксида аммония.

Реакция с гексациано (II) ферратом калия. Смешать 3 капли раствора хлорида цинка с 3 каплями раствора гексациано (II) феррата калия.

5. Анализ катионов V группы

Общая реакция с гидроксидом натрия

В пробирки налить по 5 капель солей железа (II), железа (III), марганца (II), магния (II), в каждую пробирку добавить по 5 капель раствора гидроксида натрия и оставить на несколько минут.

Реакции катиона железа (II)

Реакция с гексациано (III) ферратом калия. К 3 каплям соли железа добавить 4 капли воды и 2 капли гексациано (III) феррата калия.

Реакции катиона железа (III)

Реакция с гексациано (II) ферратом калия. К 3 каплям соли железа добавить 2 капли раствора соляной кислоты и 2 капли гексациано (II) феррата калия.

Реакция с роданидом аммония. К 2 каплям раствора соли железа (III) добавить 2 капли раствора роданида аммония.

Реакции катиона магния

Реакция с гидрофосфатом натрия. К 3 каплям раствора соли магния добавляют 4 капли раствора гидрофосфата натрия, 3 капли

соляной кислоты и по капле медленно добавить раствор гидроксида аммония до образования кристаллического осадка.

Реакции катиона марганца. К 3 каплям соли марганца добавить 3 капли гидроксида калия, оставить на несколько минут, добавить избыток гидроксида калия и 4 капли щавелевой кислоты. Наблюдать розовую окраску.

6. Анализ катионов VI группы

Общая реакция с раствором гидроксида аммония

В пробирки наливают по 3 капли растворов хлорида меди, хлорида кобальта, хлорида никеля и добавляют по 3 капли раствора гидроксида аммония. Наблюдают выпадение осадков. Далее к осадкам добавляют избыток раствора гидроксида аммония.

Реакции катиона меди

Реакция с тиосульфатом натрия. К 3 каплям соли меди добавить 4 капли воды, 3 капли раствора серной кислоты, 3 кристалла тиосульфата натрия, смесь нагревают.

Реакция с гексациано (II) ферратом калия. К 3 каплям соли меди добавить 3 капли раствора гексациано (II) феррата калия.

Реакции катиона кобальта

Реакция с роданидом аммония. На фильтровальную бумагу наносят 1 каплю раствора роданида аммония и каплю раствора соли кобальта. Бумагу выдерживают в парах аммиака и подсушивают.

Реакции катиона никеля

Реакция с диметилглиоксимом. На фильтровальную бумагу наносят 1 каплю раствора сульфата никеля и каплю раствора диметилглиоксима. Бумагу выдерживают в парах аммиака.

Часть 2. Качественный анализ анионов I, II, III групп

1. Анализ анионов 1 группы (ход эксперимента)

Общая реакция с хлоридом бария. К 3 каплям раствора хлорида бария добавить 3 капли соли кислоты.

Реакции сульфат-ионов

Реакция с нитратом серебра. К 3 каплям раствора сульфата натрия прибавить 3 капли раствора нитрата серебра.

Реакция с ацетатом свинца. К 3 каплям раствора сульфата натрия прибавить 3 капли раствора ацетата свинца.

Реакции сульфит-ионов

Реакция с перманганатом калия. 3 капли соли сульфита натрия, 3 капли раствора перманганата калия, добавить 3 капли серной кислоты. Наблюдать обесцвечивание раствора.

Реакции тиосульфат-иона

Реакция с нитратом серебра. К 3 каплям раствора тиосульфата натрия добавить каплю раствора нитрата серебра, перемешать. Затем добавить еще 4 капли раствора нитрата серебра и перемешать.

Реакции фосфат-иона

Реакция с нитратом серебра. К 3 каплям раствора гидрофосфата натрия прилить 3 капли раствора нитрата серебра.

Реакции карбонат-иона

Реакция с соляной кислотой. К 10 каплям раствора карбоната натрия добавить 10 капель раствора соляной кислоты. В верхнюю часть пробирки неплотно вставить пробку с газоотводной трубкой, в которой находятся 2–3 капли известковой воды. Наблюдать помутнение известковой воды.

Реакции хромат-ионов

Реакция с ацетатом свинца. Добавить к 3 каплям раствора хромата калия 3 капли реактива.

Реакции оксалат-ионов

Реакция с хлоридом кальция. К 5 каплям раствора оксалата аммония прибавить 5 капель раствора хлорида кальция.

2. Анализ анионов II группы (ход эксперимента)

Общая реакция с нитратом серебра. В пробирку налить по 3 капли раствора нитрата серебра и добавить 3 капли соответствующего аниона.

Реакции хлорид-иона

Реакции окисления. К 5 каплям хлорида натрия прибавить 5 капель перманганата калия и 5 капель серной кислоты. (Нагреть.) Наблюдать изменение окраски раствора.

Реакции бромид-ионов

Реакция с хлорной водой. 5 капель бромида натрия смешать с 5 каплями хлорной воды, добавить 3 капли серной кислоты. Наблюдать изменение окраски.

Реакции иодид-ионов

Реакция с солями свинца. Смешать 3 капли раствора иодида калия с 3 каплями соли свинца (ацетата свинца, нитрата свинца).

3. Анализ анионов III группы (ход эксперимента)

Реакции нитрат-ионов

Реакция с дифениламино. На предметном стекле смешать каплю нитрата натрия с 2 каплями раствора дифениламина и 2 каплями концентрированной серной кислоты.

Реакции нитрит-ионов

Реакция с антипирином. Смешать каплю нитрита натрия с 10 каплями раствора антипирина и 10 каплями раствора серной кислоты.

Реакция ацетат-иона

Реакция с хлоридом железа (III). Смешать 10 капель раствора ацетата натрия с 4 каплями раствора хлорида железа (III) и 10 каплями воды. Смесь подогреть.

Лабораторная работа № 9. Основы количественного анализа

Задача № 1. «Определение содержания серной кислоты в растворе».

1. Записать уравнение реакции.
2. Подготовить бюретку к работе:
 - а) бюретку ополоснуть небольшим количеством воды очищенной и небольшим количеством (1–2 мл) рабочего раствора (гидроксида натрия);
 - б) заполнить бюретку титрантом (рабочим раствором) и установить на нуле.
3. В колбу для титрования отмерить точно пипеткой Мора 5 мл исходного раствора кислоты (определяемого).
4. Добавить в колбу для титрования 1–2 капли индикатора.
5. Осуществить титрование:
 - а) полученный раствор титровать из бюретки рабочим раствором (титрантом) до розовой окраски раствора.
 - б) определить объем рабочего раствора, пошедшего на титрование (по бюретке);
 - в) титрование повторить 3 раза (определить V_1, V_2, V_3).
 - г) рассчитать среднее значение объема, пошедшего на титрование.
6. Рассчитать концентрацию раствора серной кислоты по результатам титрования.

7. Составить отчет о работе. Сформулировать вывод.

Задача № 2. «Определение концентрации железа в соли Мора методом перманганатометрии».

1. Записать уравнение реакции. Указать переход электронов.
2. В колбу для титрования отмерить точно пипеткой Мора 2 мл раствора соли Мора.
3. Добавить мерной пробиркой 2 мл серной кислоты.
4. Полученный раствор титровать из градуированной пипетки рабочим раствором (титрантом) перманганатом калия медленно до розовой окраски раствора.
5. Определить объем перманганата калия, пошедшего на титрование.

6. Титрование повторить 3 раза (определить V_1 , V_2 , V_3). Рассчитать среднее значение объема, пошедшего на титрование.

7. Рассчитать концентрацию железа в соли Мора по результатам титрования.

8. Оформить отчет. Сформулировать вывод.

Лабораторная работа № 10.

Изучение фотометрических методов анализа

Задача. «Определение содержания меди в растворе методом стандартных серий».

1. Приготовление стандартного раствора сульфата меди.

Навеску 19,6410 г х. ч. медного купороса количественно перенести в мерную колбу вместимостью 1 л и растворить сначала в 200–250 мл воды. Подкислить 3 мл серной кислоты. Довести объем до метки дистиллированной водой.

2. Приготовление серии эталонных растворов.

В шесть пронумерованных мерных колб на 100 мл при помощи градуированной пипетки ввести 1, 2, 3, 4, 5, 6 мл стандартного раствора соли меди, что будет соответствовать 5, 10, 15, 20 и 30 мг меди. В каждую колбу мерным цилиндром добавить по 5 мл раствора серной кислоты (1:4) и осторожно, по каплям и при интенсивном помешивании по 30 мл раствора гидроксида аммония (1:1). Растворы окрашиваются в сине-фиолетовый цвет и разогреваются. Охладить до комнатной температуры и довести объемы растворов дистиллированной водой до метки.

В шесть пронумерованных колориметрических пробирок, находящихся в штативе, вводят по 10 мл приготовленных растворов, чтобы получилась колориметрическая шкала.

3. Анализ контрольного раствора.

Получив контрольный раствор в мерной колбе на 100 мл, добавить по 5 мл раствора серной кислоты (1:4) и осторожно, по каплям и при интенсивном помешивании по 30 мл раствора гидроксида аммония (1:1). Хорошо перемешав, 10 мл его переносят в колориметрическую пробирку и сравнивают интенсивность окраски исследуемого раствора с интенсивностью окраски эталонных растворов. Содержание меди в контрольном растворе будет таким же, как в эталонном растворе. Если интенсивность окраски исследуемого раствора является промежуточной между окрасками двух соседних эталонных растворов, то концентрация определяется как средняя величина между концентрациями эталонных растворов.

4. Оформить отчет, сформулировать выводы.

Лабораторная работа № 11. **Электрометрические методы анализа**

1. Зарисовать электродную схему рН-метра.
2. Расставить соответствующие номера к ее отдельным частям и выписать соответствующие обозначения.
3. Установить механический 0 прибора, поворачивая отверткой корректор нуля.
4. Проверить работу прибора по стандартным буферным растворам.
5. Электроды перед погружением в буферный раствор необходимо тщательно промыть дистиллированной водой. Избыток воды удалить с электродов фильтровальной бумагой.
6. В химически чистый стаканчик налить исследуемый раствор.
7. Погрузить в исследуемый раствор электроды и термометр.
8. Установить указатель температурного корректора по температуре исследуемого раствора.
9. Отсчет величины рН исследуемого раствора вести по шкале показывающего прибора.
10. По окончании работы тщательно промыть электроды дистиллированной водой.

Лабораторная работа № 12. **Определение концентрации солей** **методом рефрактометрии**

1. Открыть зеркала, открыть камеру.
2. Нанести 2–3 капли воды дистиллированной на измерительную призму.
3. Закрыть камеру, с помощью маховика добиться появления границы светотени.
4. С помощью лимба убрать дисперсность.
5. С помощью маховика совместить границу светотени с центром креста.
6. По шкале определить показатель преломления воды очищенной ($n = 1,3330$).
7. Открыть камеру, насухо протереть призму.
8. Нанести пипеткой 2–3 капли исследуемого раствора на призму, определить показатель преломления.
9. Пользуясь рефрактометрическими таблицами, определить содержание вещества в растворе.
10. Оформить отчет.

Лабораторная работа № 13. Внутрिलाбораторный контроль качества количественных определений

Часть 1. Калибровка мерной посуды

Провести калибровку емкости пипетки и бюретки:

1. Отмерить пипеткой (бюреткой) определенный объем воды во взвешенный пустой бюкс.
2. Взвесить бюкс на аналитических весах.
3. По разнице в массе бюкса с водой и пустого бюкса определить массу воды, слитой из пипетки (бюретки).
4. Подсчитать объем воды по формуле $V = m / \rho$, где V — объем воды, m — масса воды, ρ — плотность воды при данной температуре.

Часть 2. Статистическая обработка результатов количественных определений

Задача № 1. На титрование равных аликвотных частей раствора карбоната натрия были израсходованы следующие объемы соляной кислоты: 25,01 мл, 25,07 мл, 25,10 мл, 25,05 мл. Чему равно среднеквадратичное отклонение одного титрования?

Задача № 2. При анализе железа в сплаве были получены следующие результаты. Обработать результаты исследований.

x	n	x_{cp}	$x - x_{cp}$	$(x - x_{cp})^2$	$\sum (x - x_{cp})^2$	S	Sx	ϵ	$x \pm \epsilon$
104,2									
105,1									
104,8									
104,5									
105,3									

Задача № 3. В течение 20 дней определения содержания гемоглобина в контрольном растворе были получены следующие результаты. Построить контрольную карту.

Дата	Гемоглобин (г/л)	Дата	Гемоглобин (г/л)
1.10	120	12.10	120
2.10	121	13.10	122
3.10	123	15.10	123
4.10	120	16.10	121
5.10	122	17.10	118
6.10	122	18.10	118
8.10	119	19.10	120
9.10	119	21.10	121
10.10	121	22.10	119
11.10	123	23.10	119

ТЕСТОВЫЕ ЗАДАНИЯ

Выберите один правильный ответ.

1. Одной из задач клинических лабораторий в системе учреждений здравоохранения является:

- 1) лечение больного;
- 2) биохимические исследования;
- 3) приготовление лекарственных средств;
- 4) отпуск лекарственных средств.

2. Посуда для точного отмеривания определенного объема жидкости:

- 1) коническая колба;
- 2) мерный цилиндр;
- 3) градуированная пипетка;
- 4) мерный стакан.

3. Назначение бюретки — это:

- 1) определение точного объема жидкости;
- 2) фильтрование жидкости;
- 3) очистка жидкостей;
- 4) разделение жидкостей.

4. Реактив — это:

1) хорошо очищенное вещество, применяемое для лабораторных работ;

- 2) вещество, применяемое для анализа;
- 3) растворимое вещество для анализа;
- 4) растворимые соли, применяемые для лабораторных работ.

5. Точность взвешивания на аптечных весах в граммах:

- 1) 0,1;
- 2) 0,01;
- 3) 0,001;
- 4) 0,0001.

6. Для приготовления 10% раствора перекиси водорода из 30% и 5% растворов необходимо взять исходные растворы в соотношении:

- 1) 1:1;
- 2) 1:2;
- 3) 1:3;
- 4) 1:4.

7. Для определения давления используют:

- 1) барометр;
- 2) ареометр;
- 3) пикнометр;
- 4) лактометр.

8. Процентная концентрация показывает количество граммов вещества в:

- 1) 1 мл раствора;
- 2) 200 г воды;
- 3) 100 г раствора;
- 4) 1 л раствора.

9. Фиксанал — это:

- 1) стеклянный сосуд с химическим веществом;
- 2) трубка с химическим реактивом;
- 3) запаянная стеклянная ампула с точной навеской реактива;
- 4) точная навеска реактива в колбе.

10. Фиксаналы используются в лаборатории для приготовления:

- 1) растворов с точной известной концентрацией вещества;
- 2) дезинфицирующих растворов;
- 3) растворов высокой чистоты;
- 4) растворов красителей.

11. Титр раствора показывает количество:

- 1) граммов вещества в 1 мл раствора;
- 2) молей вещества в растворе;
- 3) граммов вещества в 100 мл раствора;
- 4) граммов вещества в 1 л раствора.

12. Для отмеривания титрованного раствора применяют:

- 1) колбы;
- 2) пипетки Мора;
- 3) пипетки градуированные;
- 4) цилиндры.

13. Титрование проводят с помощью:

- 1) бюреток;
- 2) пипеток Мора;
- 3) мерных цилиндров;
- 4) мерных колб.

14. Конец титрования определяют с помощью:

- 1) химического реактива;
- 2) буферного раствора;
- 3) индикатора;
- 4) стандартного раствора.

15. В титриметрическом анализе рабочим раствором называют раствор:

- 1) для титрования;
- 2) щёлочи;
- 3) кислоты;
- 4) индикатора.

16. Индикатор фенолфталеин в кислой среде имеет окраску:

- 1) красную;
- 2) синюю;
- 3) бесцветную;
- 4) жёлтую.

17. Для очистки твердых реактивов используют метод:

- 1) перекристаллизации;
- 2) фильтрования;
- 3) дистилляции;
- 4) осаждения.

18. Возможная марка реактивов:

- 1) отфильтрованные (о.);
- 2) очищенные (оч.);
- 3) химические (х.);
- 4) чистые для анализа (ч. д. а.).

19. Ядовитые реактивы следует хранить:

- 1) в деревянных ящиках;
- 2) в шкафу;
- 3) в несгораемом шкафу, под замком;
- 4) на стеллажах.

20. Раствор, полученный после фильтрования смесей, — это:

- 1) фильтрованный раствор;
- 2) фильтрат;
- 3) титрованный раствор;
- 4) центрифугат.

21. К лабораторной посуде общего назначения относится:

- 1) химический стакан;
- 2) мерная колба;
- 3) градуированная пипетка;
- 4) пипетка Мора.

22. К лабораторной посуде специального назначения относится:

- 1) химическая пробирка;
- 2) цилиндр;
- 3) химический стакан;
- 4) колба Вюрца.

23. Единицей измерения титра является:

- 1) моль/л;
- 2) г/моль;
- 3) мг;
- 4) г/мл.

24. К оптической части микроскопа относится:

- 1) конденсор;
- 2) зеркало;
- 3) предметный столик;
- 4) макровинт.

25. К фарфоровой лабораторной посуде относится:

- 1) воронка Бунзена;
- 2) воронка Шотта;
- 3) химическая воронка;
- 4) колба Бунзена.

26. Групповым реактивом на вторую аналитическую группу катионов является:

- 1) H_2SO_4 ;
- 2) NaOH ;
- 3) NH_3 ;
- 4) HCl .

27. Осадок хлорида серебра:

- 1) желтый;
- 2) белый кристаллический;
- 3) серый;
- 4) коричневый.

28. Окраску растворов наблюдают:

- 1) на белом фоне;
- 2) на черном фоне;

- 3) против солнечного света;
4) против люминесцентной лампы.
29. Единица измерения молярной концентрации:
- 1) моль/л;
 - 2) г/моль;
 - 3) мг;
 - 4) г/мл.
30. В основе кислотно-основного титрования лежит реакция:
- 1) соединения;
 - 2) замещения;
 - 3) нейтрализации;
 - 4) окисления-восстановления.
31. Молярность и нормальность совпадают для растворов:
- 1) H_3PO_4 ;
 - 2) H_2SO_4 ;
 - 3) HCl ;
 - 4) H_2SiO_3 .
32. Принцип метода фотоколориметрии заключается в:
- 1) определении оптической плотности окрашенного раствора;
 - 2) оценке светопоглощения мутного раствора;
 - 3) оценке рассеивания дисперсной системы;
 - 4) различиях сорбируемости компонентов смеси.
33. Принцип метода нефелометрии заключается в:
- 1) оценке рассеивания дисперсной системы;
 - 2) оценке светопоглощения мутного раствора;
 - 3) использовании антитела, меченного изотопом;
 - 4) различиях сорбируемости компонентов смеси.
34. Принцип метода турбидиметрии заключается в:
- 1) оценке светопоглощения мутного раствора;
 - 2) оценке рассеивания дисперсной системы;
 - 3) использовании антитела, меченного изотопом;
 - 4) различиях сорбируемости компонентов смеси.
35. Принцип метода хроматографии заключается в:
- 1) использовании антитела, меченного изотопом;
 - 2) миграции частиц под действием электрического тока;
 - 3) оценке светопоглощения окрашенного раствора;
 - 4) различиях сорбируемости компонентов смеси.

СИТУАЦИОННЫЕ ЗАДАЧИ

Задача № 1. Какую массу фосфата калия и воды необходимо взять для приготовления раствора с массовой долей соли 8% и массой 250 г?

1. Рассчитать необходимое количество соли и воды, необходимое для приготовления раствора.

2. Указать лабораторную посуду, лабораторное оборудование для приготовления растворов технической концентрации.

Задача № 2. Для определения содержащихся ионов хлора в водопроводной воде образец воды титруют раствором нитрата серебра. При титровании образца воды массой 10 г потребовалось 20,2 мл раствора с молярной концентрацией нитрата серебра 0,1 моль/л.

1. Определить массу хлорид-ионов в исследуемом образце.

2. Вычислить процентное содержание хлорид-ионов в воде.

Задача № 3. У пациента вследствие поражения печени значительно увеличилась в крови концентрация ионов аммония, обладающих токсическими свойствами. Снижение концентрации ионов аммония можно осуществить методом сорбции.

1. Указать физико-химические закономерности этого метода.

2. Привести возможные способы осуществления детоксикации.

Задача № 4. Для поддержания нормального осмотического давления в организме применяют изотонический раствор хлорида натрия. В 500 мл раствора NaCl содержится 4,45 г NaCl.

1. Определить молярную концентрацию изотонического раствора.

2. Указать лабораторную посуду, лабораторное оборудование для приготовления данного раствора.

Задача № 5. В состав желудочного сока входит соляная кислота. На титрование образца желудочного сока пациента объемом 5,0 мл пошло 5,3 мл 0,09 н. раствора гидроксида натрия.

1. Определить нормальность соляной кислоты, содержащейся в желудочном соке.

2. Указать лабораторную посуду, лабораторное оборудование для проведения титрования.

3. Перечислить индикаторы, которые используются в кислотно-основном титровании.

Задача № 6. При некоторых аллергических заболеваниях взрослым назначают раствор с массовой долей хлорида кальция 10%, де-

тям — с массовой долей 5%. В наличии имеются растворы 10% и 20% концентрации, из которых необходимо приготовить раствор для использования детям.

1. Написать схему для использования «правила креста».

2. Найти массовые соотношения для приготовления 5% раствора из имеющихся растворов с массовыми долями 10% и 20%.

ОТВЕТЫ НА ТЕСТОВЫЕ ЗАДАНИЯ

Номер задания	Номер ответа	Номер задания	Номер ответа	Номер задания	Номер ответа
1	2	13	1	25	1
2	3	14	3	26	1
3	1	15	1	27	2
4	1	16	1	28	1
5	2	17	3	29	1
6	1	18	1	30	3
7	1	19	4	31	3
8	3	20	2	32	1
9	3	21	1	33	1
10	1	22	4	34	1
11	1	23	4	35	4
12	2	24	1		

ОТВЕТЫ НА СИТУАЦИОННЫЕ ЗАДАЧИ

Задача № 1

Необходимо взять 20 г соли и 230 г воды. Для расчета используют формулу (1):

$$w(\text{в-ва}) = m(\text{в-ва}) / m(\text{р-ра});$$

$$m(\text{в-ва}) = w(\text{в-ва}) \cdot m(\text{р-ра});$$

$$m(\text{в-ва}) = 0,08 \cdot 250 = 20 \text{ г};$$

$$m(\text{H}_2\text{O}) = 250 - 20 = 230 \text{ г}.$$

Для приготовления растворов приблизительной концентрации необходимы лабораторная посуда и лабораторное оборудование: колба Эрленмейера на 250 мл, мерный цилиндр, стеклянная палочка (электрическая мешалка), точный разновес, техно-химические весы; реактивы: вода дистиллированная, фосфат калия.

Задача № 2

Для определения числа молей нитрата серебра, необходимых для титрования, необходимо воспользоваться формулой (2):

$$\begin{aligned} n(\text{AgNO}_3) &= V(\text{р-ра}) \cdot C(\text{AgNO}_3) / 1000 \text{ мл} = \\ &= 20,2 \cdot 0,1 / 1000 = 0,00202 \text{ моль}. \end{aligned}$$

Из уравнения реакции $\text{AgNO}_3 + \text{HCl} = \text{AgCl} + \text{HNO}_3$ следует, что для образца, содержащего 1 моль нитрата серебра, необходим 1 моль хлорид-анионов, следовательно, в образце должно содержаться 0,00202 моль хлорид-анионов.

Для определения массы ионов хлора необходимо количество вещества ионов хлора умножить на молярную массу хлора: $m = 0,00202 \text{ моль} \cdot 35,5 \text{ г/моль} = 0,0717 \text{ г}$.

Процентное содержание хлорид-ионов в 10 г образца воды составляет

$$w = 0,0717/10 \cdot 100\% = 0,717\%.$$

Задача № 3

Сорбция — явление поглощения одного вещества поверхностным слоем (адсорбция) или всей массой (абсорбция) другого вещества. Сорбцию широко используют в медицине, при получении лекарственных веществ, при очистке пищевых продуктов и воды. Явления сорбции имеют большое значение в физиологических процессах в организме.

Для удаления из растворов органического и неорганического вещества пропустить раствор через колонку, заполненную сорбентом, поглощающим удаляемое вещество. При выборе сорбента необходимо учитывать химическую природу удаляемого вещества, природу растворителя и сорбента.

Для удаления из внутренней среды организма токсических веществ применяется метод гемосорбции, плазмасорбции, лимфосорбции. Гемосорбцию осуществляют путем перфузии крови больного через гранулированные или пластинчатые сорбенты. Избирательная сорбция ионов из растворов может быть осуществлена с помощью ионообменных адсорбентов, которые отдают в среду собственные ионы, адсорбируя из среды те ионы, которые образуют с сорбентом более прочные связи.

Детоксикацию организма больного от избытка ионов аммония лучше всего осуществить путем гемосорбции через катионообменный адсорбент, так как он обменивает собственные катионы (например, ионы водорода) на ионы аммония, резко уменьшая тем самым концентрацию ионов аммония в организме больного. При отсутствии катионообменного сорбента можно использовать активированный уголь, так как он осуществляет сорбцию ионов из водной среды крови.

Задача № 4

Для определения молярной концентрации изотонического раствора необходимо рассчитать, сколько граммов NaCl содержится в 1000 мл раствора:

$$m(\text{NaCl}) = 4,45\text{г} \cdot 1000 \text{ мл}/500 \text{ мл} = 8,9 \text{ г}.$$

Для вычисления количества вещества хлорида натрия необходимо массу хлорида натрия умножить на молярную массу хлорида натрия:

$$n(\text{NaCl}) = 8,9 \text{ г} / 58,5 \text{ г/моль} = 0,15 \text{ моль.}$$

Для приготовления раствора аналитической концентрации необходимы лабораторная посуда и лабораторное оборудование: мерная колба на 500 мл, стеклянная воронка, аналитический разновес, аналитические весы; реактивы: вода дистиллированная, хлорид натрия.

Задача № 5

Для определения нормальности соляной кислоты, содержащейся в желудочном соке, необходимо записать уравнение реакции, лежащей в основе титрования: $\text{HCl} + \text{NaOH} = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$.

По формуле $N(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) = N(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})$ вычислить нормальность раствора соляной кислоты:

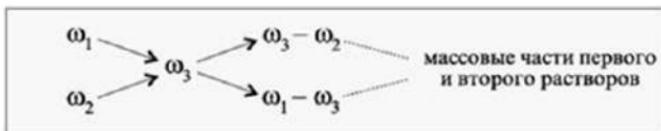
$$N(\text{HCl}) = 5,32 \cdot 0,09 / 5 = 0,0954 \text{ моль/л.}$$

Для проведения титрования необходима лабораторная посуда и лабораторное оборудование: штатив, зажим Мора, бюретка, стеклянная воронка, колба Эрленмейера.

В кислотно-основном титровании используются индикаторы: лакмус, метилоранж, фенолфталеин.

Задача № 6

1. Схема для использования «правила креста» составляется следующим образом:



а) Слева наверху диагональной схемы указывается большая концентрация (10%) исходного раствора (w_1).

б) Внизу указывается концентрация (w_2) исходного раствора (2%).

в) В центре схемы необходимо написать (w_3) искомую концентрацию (5%).

г) Вычтешь по диагонали из большого числа меньшее, из 10 вычтешь 5 и затем записать справа внизу.

д) Вычтешь из большого числа (5) меньшее (2) по диагонали и результат записать справа сверху.

Чтобы получить раствор с массовой долей хлорида кальция 5% необходимо смешать 3 части раствора с массовой долей 10% и 5 частей раствора с массовой долей 2%.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Основная

1. *Пустовалова, Л. М.* Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ : учеб. пособие / Л. М. Пустовалова, И. Е. Никанорова ; 2-е изд., перераб. и доп. — Ростов-на-Д. : Феникс, 2015. — 300 с. — (Среднее профессиональное образование).

2. *Саенко, О. Е.* Аналитическая химия : учебник для средних специальных учебных заведений ; изд. 2-е, доп. и перераб. — Ростов-на-Д. : Феникс, 2013 г. — 287с. — (Среднее профессиональное образование).

3. *Пустовалова, Л. М.* Неорганическая химия / Л. М. Пустовалова, И. Е. Никанорова. — Ростов-на-Дону : Феникс, 2015. — 352 с. — («Среднее профессиональное образование»).

Дополнительная литература

1. *Воскресенский, П. И.* Техника лабораторных работ. — М. : Химия, 1973 г. — 717 с.

2. *Кишкун, А. А.* Клиническая лабораторная диагностика : учебное пособие для медицинских сестер. — М. : ГЭОТАР-Медиа, 2013. — 720 с.

3. *Любина, А. Я.* Руководство к практическим занятиям по технике лабораторных работ / А. Я. Любина, Ю. М. Неменова, М. Э. Полес [и др.]. — М. : Медицина, 1988. — 206 с.

4. Справочное руководство по аналитической химии и физико-химическим методам анализа : учеб. пособие / И. В. Тикунова, Н. В. Дробницкая, А. И. Артеменко [и др.]. — М. : Абрис, 2012. — 413 с.

5. Физико-химические методы анализа: практикум / В. А. Валова (Копылова), Л. Т. Абесадзе. — М. : Изд. Торг. корпорация «Дашков и К», 2011. — 224 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1. ЛАБОРАТОРИИ И ИХ УСТРОЙСТВО	4
2. ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА	12
3. ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ	23
4. УСТРОЙСТВО МИКРОСКОПА	27
5. ФИЛЬТРОВАНИЕ И ЦЕНТРИФУГИРОВАНИЕ	31
6. ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ	35
7. ВЕСЫ И ВЗВЕШИВАНИЕ	42
8. РАСТВОРЫ. СПОСОБЫ ВЫРАЖЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРОВ	46
9. ОСНОВЫ КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА	55
10. ОСНОВЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА	60
11. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	64
11.1. Фотометрические методы анализа	65
11.2. Электрометрические методы анализа	69
11.3. Хроматографические методы анализа	73
12. ПОНЯТИЕ О ПОГРЕШНОСТЯХ И ОШИБКАХ	79
ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ	83
ТЕСТОВЫЕ ЗАДАНИЯ	96
СИТУАЦИОННЫЕ ЗАДАЧИ	101
ОТВЕТЫ НА ТЕСТОВЫЕ ЗАДАНИЯ	103
ОТВЕТЫ НА СИТУАЦИОННЫЕ ЗАДАЧИ	103
РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА	106

Ольга Александровна ПОЛОМЕЕВА

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Учебное пособие

Издание второе, исправленное и дополненное

Зав. редакцией
медицинской литературы *В. Л. Михалева*
Подготовка макета *Е. С. Крюков*
Корректор *Е. А. Романова*
Выпускающий *В. А. Иутин*

ЛР № 065466 от 21.10.97
Гигиенический сертификат 78.01.10.953.П.1028
от 14.04.2016 г., выдан ЦГСЭН в СПб

Издательство «ЛАНЬ»
lan@lanbook.ru; www.lanbook.com
196105, Санкт-Петербург, пр. Ю. Гагарина, д. 1, лит. А.
Тел./факс: (812) 336-25-09, 412-92-72.
Бесплатный звонок по России: 8-800-700-40-71

ГДЕ КУПИТЬ

ДЛЯ ОРГАНИЗАЦИЙ:

*Для того, чтобы заказать необходимые Вам книги, достаточно обратиться
в любую из торговых компаний Издательского Дома «ЛАНЬ»:*

по России и зарубежью

«ЛАНЬ-ТРЕЙД». 196105, Санкт-Петербург, пр. Ю. Гагарина, д. 1, лит. А.
тел.: (812) 412-85-78, 412-14-45, 412-85-82; тел./факс: (812) 412-54-93
e-mail: trade@lanbook.ru; ICQ: 446-869-967

www.lanbook.com

пункт меню «Где купить»

раздел «Прайс-листы, каталоги»

в Москве и в Московской области

«ЛАНЬ-ПРЕСС». 109387, Москва, ул. Летняя, д. 6
тел.: (499) 722-72-30, (495) 647-40-77; e-mail: lanpress@lanbook.ru

в Краснодаре и в Краснодарском крае

«ЛАНЬ-ЮГ». 350901, Краснодар, ул. Жлобы, д. 1/1
тел.: (861) 274-10-35; e-mail: lankrd98@mail.ru

ДЛЯ РОЗНИЧНЫХ ПОКУПАТЕЛЕЙ:

интернет-магазин

Издательство «Лань»: <http://www.lanbook.com>

магазин электронных книг

Global F5: <http://globalf5.com/>

Подписано в печать 04.09.19.

Бумага офсетная. Гарнитура Школьная. Формат 84×108^{1/32}.

Печать офсетная. Усл. п. л. 5,67. Тираж 100 экз.

Заказ № 593-19.

Отпечатано в полном соответствии
с качеством предоставленного оригинал-макета
в АО «Т8 Издательские Технологии».
109316, г. Москва, Волгоградский пр., д. 42, к. 5.