

**Государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Сибирский государственный медицинский университет»
Министерства здравоохранения Российской Федерации**

О.А. Полommeва

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

учебно-методическое пособие

**ТОМСК
Издательство СибГМУ
2016**

УДК 616-073/-074(075.32):57.08

ББК 53.431 я 723+24.4 я 723

П 523

П 523 Полommeва О.А. Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ: учебно-методическое пособие. – Томск: Сибирский государственный университет, 2016. – 67 с.

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.

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 616-073/-074(075.32):57.08

ББК 53.431 я 723+24.4 я 723

Рецензент:

Бельская М.В. – преподаватель, заведующая отделением «Фармация и лабораторная диагностика», ГБОУ ВПО СибГМУ Минздрава России «Медико-фармацевтический колледж».

Утверждено и рекомендовано к печати Центральным методическим советом ГБОУ ВПО СибГМУ Минздрава России (протокол № 3 от 06.04.2016 г.).

© Сибирский государственный медицинский университет, 2016

© Полommeва О.А., 2016

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
1. ЛАБОРАТОРИИ И ИХ УСТРОЙСТВО.....	5
2. ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ.....	10
3. СПОСОБЫ ВЫРАЖЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРОВ.....	14
4. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ: ЗАДАЧИ И МЕТОДЫ.....	18
5. ОСНОВЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА.....	23
6. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	26
6.1. Оптические методы анализа.....	28
6.2. Электрохимические методы анализа.....	31
6.3. Хроматографические методы анализа.....	35
7. ПОНЯТИЕ О ПОГРЕШНОСТЯХ И ОШИБКАХ.....	40
ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ.....	43
ТЕСТОВЫЕ ЗАДАНИЯ.....	54
СИТУАЦИОННЫЕ ЗАДАЧИ.....	60
ОТВЕТЫ НА ТЕСТОВЫЕ ЗАДАНИЯ.....	62
ОТВЕТЫ НА СИТУАЦИОННЫЕ ЗАДАЧИ.....	63
РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА.....	66

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 *laborare*, что означает работать, обрабатывать.

Под «лабораторией» следует понимать организацию или структурное подразделение организации, где 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.).

В части случаев заболеваний знаний и умений врача-клинициста достаточно для того, чтобы без дополнительных исследований эффективно справиться с диагностическими и лечебными проблемами. Однако, в остальных случаях, а, как правило, это самые грозные для больных ситуации, клиницист обращается к поддержке специальных диагностических служб. Значительное место среди объективных средств диагностики занимает лабораторная диагностика.

Клиническая практика ежедневно свидетельствует, что в отношении подавляющего большинства 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, лабораторное тестирование играет ключевую роль, как в процессе постановки диагноза, так 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 возникает первоочередная задача организации деятельности лаборатории таким образом, чтобы гарантировать качественное проведение испытаний.

Задачи, стоящие перед лабораториями, могут быть разными, но принципы организации, оборудование 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.).

В лаборатории должна проводиться внутренняя проверка для оценки своего соответствия требованиям настоящего стандарта. Проверка должна проводиться компетентными лицами, знакомыми с методами исследований, их целями и оценкой результатов.

1. Персонал. 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.

Специалисты и эксперты, непосредственно участвующие в проведении исследований, должны быть аттестованы в установленном порядке на право их проведения.

2. *Помещение и оборудование.* Лаборатория должна быть оснащена оборудованием, а также расходными материалами (химическими реактивами, 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), 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 исказить требуемую точность измерений. Помещения для проведения исследований должны быть защищены от воздействия таких факторов, как повышенные температуры, 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.

Помещения должны быть оснащены необходимым оборудованием и источниками энергии и при необходимости устройствами для регулирования условий, в которых проводятся исследования. Доступ к зонам проведения анализов и их

использование должны соответствующим образом контролироваться; должны быть также определены условия допуска лиц, не относящихся к персоналу данной лаборатории.

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.

3. 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.

4. Система качества. 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 и иметь прямой доступ к руководству, которому подотчетна лаборатория.

5. Система регистрации. 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).

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

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 с другими сотрудниками принимать меры к спасению людей и тушению пожара.

Лаборант должен уметь оказывать первую медицинскую помощь при различного вида травмах, 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.

Вопросы для самоконтроля:

1. Значение техники лабораторных работ для начинающих работу в лаборатории.
2. Назначение лабораторий в системе здравоохранения России.
3. Основные требования, предъявляемые к помещениям лаборатории.
4. Требования, предъявляемые к организации рабочего места лаборанта.

2. 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: общеупотребительные и специальные.

Общеупотребительные 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 категории 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 с успехом применяться в самых разнообразных лабораторных работах как учебного, так и производственного характера.

Реактивы «чистые для анализа» 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 вполне могут быть использованы в научно-исследовательских работах.

Наконец, 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. Совершенно недопустимо и бессмысленно использовать дорогие вещества особой чистоты для выполнения рядовых аналитических работ.

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.

При работе с реактивами надо всегда помнить, что снижение содержания примесей даже на один порядок приводит к очень резкому возрастанию (в геометрической прогрессии) цены реактива. Поэтому не следует использовать для малоответственных работ препараты высокой чистоты.

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. Приготовление избытка раствора – бесполезная трата реактива. Раствор, стоящий без употребления, обычно портится, кроме того бутылки, содержавшие 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. Такую 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.

Реактивы, изменяющиеся под действием света, хранят в желтых или темных склянках, иногда вставленных в картонную коробку.

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, отбеливающие земли и т. д.), или другими приемами, в зависимости от свойств вещества.

Вопросы для самоконтроля:

1. Дать определение реактиву.
2. Правила хранения реактивов.
3. Порядок работы с реактивами, хранящимися в ампулах.
4. Указать способы, с помощью которых можно уберечь реактивы от загрязнения.

3. СПОСОБЫ ВЫРАЖЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРОВ

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

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 растворённого вещества, молярную и нормальную концентрацию.

Способы выражения концентраций растворов:

1. *Массовая доля растворённого вещества* $w_{(B)}$ – это безразмерная величина, равная отношению массы растворённого 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 растворённого 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 (М) означает число молей растворенного вещества в 1 л раствора.

Молярный раствор – это раствор, в одном литре которого содержится 1 моль растворенного вещества (1М).

Если раствор содержит 2 моль в 1 л, то он называется двумолярным (2 М), 0,1 моль в 1 л – децимолярным (0,1 М), 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 N с точкой (н.). Раствор, в 1л 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 (Мэ.). fэ – это доля прореагировавшего моля, равноценная одному катиону водорода (реакция нейтрализации) или одному электрону (окислительно-восстановительные реакции).

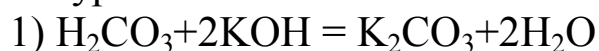
fэ кислоты=1/N(H⁺),

fэ основания=1/N(OH⁻),

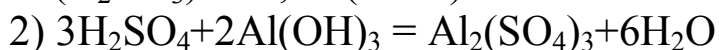
fэ (соли)=1/N(металла) x N(кислотного остатка).

Например: fэ (H₂SO₄)=1/2; fэ (NaOH)=1/1=1; fэ(Al₂(SO₄)₃)=1/2x3=1/6

По уравнению:



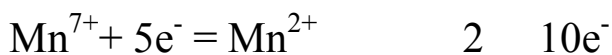
fэ (H₂CO₃)=1/2; fэ (KOH)=2/2=1



fэ (H₂SO₄)=3/3x2=1/2; fэ (Al(OH)₃)=2/2x3=1/3

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.





$$f_{\text{э}}(\text{KMnO}_4) = 2/5 \times 2 = 1/5$$

$$f_{\text{э}}(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 2/2 \times 2 = 1/2$$

Молярная концентрация эквивалента

$$C_{\text{э}} = n_{\text{э}} / V_{(\text{р-ра})} \quad (3)$$

где $n_{\text{э}}$ — количество молей эквивалента.

$$n_{\text{э}} = m(\text{вещества}) / M_{\text{э}}$$

$$M_{\text{э}} = f_{\text{э}} \cdot M$$

4. *Титр раствора* означает количество грамм растворенного вещества в 1 мл 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 H_2SO_4 (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; $C_{\text{э}}$ – нормальная концентрация; $M_{\text{э}}$ – эквивалентная масса, ρ – плотность раствора; M – молярная масса, то формулы для пересчета из процентной концентрации будут следующими:

$$C_{\text{м}} = (w \cdot \rho \cdot 10) / M \quad (5)$$

$$C_{\text{э}} = (w \cdot \rho \cdot 10) / M_{\text{э}} \quad (6)$$

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 мольной массе, (например, для HCl , KCl , KOH), то нормальная концентрация равна молярной концентрации. Так, 1 н. раствор соляной кислоты будет одновременно 1 М раствором. Однако для большинства соединений

эквивалентная масса не равна мольной и, следовательно, нормальная концентрация растворов этих веществ не равна молярной концентрации.

Для пересчета из одной концентрации в другую можно использовать формулы:

$$C_M = (M_{\text{Э}} \cdot C_9) / M \quad (7)$$

$$C_9 = (C_M \cdot M) / M_{\text{Э}} \quad (8)$$

Вопросы и задачи для самоконтроля:

1. Способы выражения приблизительной и аналитической концентрации.
2. Определение титра.
3. Определение фактора эквивалентности соли, кислоты, основания.
4. В воде, объемом 220 мл и плотностью 1 г/мл, растворили NaCl, массой 30 г. Определить массовую долю NaCl. (Ответ: 12 %)
5. Как приготовить раствор массой 500г с массовой долей KCl 14 %? (Ответ: $m(\text{KCl}) = 70 \text{ г}$; $m(\text{H}_2\text{O}) = 430 \text{ г}$).
6. Вычислить молярную концентрацию HCl в растворе с массовой долей HCl 20%, плотность раствора 1,1 г/мл (Ответ: 6,03моль/л).
7. В воде, массой 150 г, растворили KCl 10 г. Вычислить массовую долю KCl. (Ответ: 6,25 %).

4. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ: ЗАДАЧИ И МЕТОДЫ

Качественный анализ имеет своей целью обнаружение определенных веществ или их компонентов в анализируемом объекте.

Качественный анализ всегда предшествует количественному анализу.

В настоящее время качественный анализ выполняют инструментальными методами: спектральными, хроматографическими, электрохимическими и др. Химические методы используют на отдельных стадиях инструментальных (вскрытие пробы, разделение и концентрирование и др.). Иногда с помощью химического анализа можно получить результаты более просто и быстро, например, установить наличие двойных и тройных связей в непредельных углеводородах при пропускании их через бромную воду или водный раствор KMnO_4 . При этом растворы теряют окраску.

Детально разработанный качественный химический анализ позволяет определять элементный (атомный), ионный, молекулярный (вещественный), функциональный, структурный и фазовый составы неорганических и органических веществ.

При анализе неорганических веществ основное значение имеют элементный и ионный анализы, так как знание элементного и ионного состава достаточно для установления вещественного состава неорганических веществ. Свойства органических веществ определяются их элементным составом, но также и структурой, наличием разнообразных функциональных групп. Поэтому анализ органических веществ имеет свою специфику.

Качественный химический анализ базируется на системе химических реакций, характерных для данного вещества – разделения, отделения и обнаружения.

К химическим реакциям в качественном анализе предъявляют следующие требования: реакция должна протекать практически мгновенно, реакция должна быть необратимой, реакция должна быть чувствительной и по возможности специфичной, реакция должна сопровождаться внешним эффектом:

- а) изменением окраски раствора;
- б) образованием или растворением осадка;

- в) выделением газообразных веществ;
- г) окрашиванием пламени и др.

Реакции, позволяющие получить внешний эффект с определяемым веществом, называют *аналитическими*, а добавляемое для этого вещество – *реагентом*. Аналитические реакции, проводимые между твердыми веществами, относят к реакциям «*сухим путем*», а в растворах – «*мокрым путем*».

К реакциям «сухим путем» относятся реакции, выполняемые путем растирания твердого исследуемого вещества с твердым реагентом, а также путем получения окрашенных стекол (перлов) при сплавлении некоторых элементов с бурой.

Значительно чаще анализ проводят «мокрым путем», для чего анализируемое вещество переводят в раствор. Реакции с растворами могут выполняться *пробирочным, капельным и микрокристаллическим* методами. При пробирочном полумикроанализе его выполняют в пробирках вместимостью 2-5 см³. Для отделения осадков используют центрифугирование, а выпаривание ведут в фарфоровых чашечках или тиглях. Капельный анализ осуществляют на фарфоровых пластинках или полосках фильтрованной бумаги, получая цветные реакции при добавлении к одной капле раствора вещества одной капли раствора реактива. Микрокристаллический анализ основан на обнаружении компонентов с помощью реакций, в результате которых образуются соединения с характерным цветом и формой кристаллов, наблюдаемых в микроскоп.

Для качественного химического анализа используют все известные типы реакций: нейтрализации, окислительно-восстановительные, осаждения, комплексообразования и другие.

Качественный анализ растворов неорганических веществ сводится к обнаружению катионов и анионов. Для этого используют *общие* и *частные* реакции. Общие реакции дают сходный внешний эффект со многими ионами (например, образование катионами осадков сульфатов, карбонатов, фосфатов и т.д.), а частные – с 2-5 ионами. Чем меньшее число ионов дает сходный внешний эффект, тем селективнее (избирательнее) считается реакция. Реакция называется *специфической*, когда позволяет обнаружить один ион в присутствии всех остальных. Специфической, например, на ион аммония является реакция: $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{KOH} = \text{NH}_3 + \text{KCl} + \text{H}_2\text{O}$.

Аммиак обнаруживают по запаху или по посинению красной лакмусовой бумажки, смоченной в воде и помещенной над пробиркой.

Селективность реакций можно повысить, изменяя их условия (рН) или применяя маскирование. *Маскирование* заключается в уменьшении концентрации мешающих ионов в растворе меньше предела их обнаружения, например путем их связывания в бесцветные комплексы.

Если состав анализируемого раствора несложен, то его после маскировки анализируют *дробным* способом. Он заключается в обнаружении в любой последовательности одного иона в присутствии всех остальных с помощью специфических реакций, которые проводят в отдельных порциях анализируемого раствора. Поскольку специфических реакций немного, то при анализе сложной ионной смеси используют *систематический* способ. Этот способ основан на разделении смеси на группы ионов со сходными химическими свойствами путем перевода их в осадки с помощью групповых реактивов, причем групповыми реактивами воздействуют на одну и ту же порцию анализируемого раствора по определенной системе, в строго определенной последовательности. Осадки отделяют друг от друга (например, центрифугированием), затем растворяют определенным образом и получают серию растворов, позволяющих в каждом обнаружить отдельный ион специфической реакцией на него.

Существует несколько систематических способов анализа, называемых по применяемым групповым реактивам: *сероводородный, кислотнo-основной, аммиачно-фосфатный* и другие.

Более широко применяемым, доступным и безопасным является кислотнo-основной метод, при котором катионы разделяют на 6 групп. Номер группы указывает на последовательность воздействия реактивом (табл. 1).

Таблица 1

Классификация катионов по кислотно-основному методу

Номер группы	Катионы	Групповой реактив	Растворимость соединений
I	Na^+ , K^+ , NH_4^+	Нет	Хлориды, сульфаты, гидроксиды растворимы в воде
II	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	2M HCl	Хлориды нерастворимы в воде
III	Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}	1M H_2SO_4	Сульфаты нерастворимы в воде
IV	Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} , Si^{4+} , As	4M NaOH	Гидроксиды амфотерны, растворимы в избытке щелочи
V	Mg^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sb^{5+}	25 %-й NH_3	Гидроксиды нерастворимы в избытке NaOH или NH_3
VI	Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+}	25 %-й NH_3	Гидроксиды растворяются в избытке NH_3 с образованием комплексных соединений

Анионы при анализе в основном не мешают друг другу, поэтому групповые реактивы применяют не для разделения, а для проверки наличия или отсутствия той или иной группы анионов. Наиболее часто применяемой является классификация в зависимости от растворимости их бариевых и серебряных солей. Исследуемые анионы подразделяются в этом случае на 3 группы (табл. 2).

Таблица 2

Классификация анионов

Номер группы	Анионы	Групповой реактив	Растворимость соединений
I	CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , SO_4^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$, SiO_3^{2-} , PO_4^{3-}	Хлорид бария в нейтральном или слабощелочном растворе	Соли бария практически нерастворимы в воде
II	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-}	Нитрат серебра в присутствии азотной кислоты	Соли серебра нерастворимы в воде и в разбавленной азотной кислоте
III	NO_2^{2-} , NO_3^{3-} , CH_3COO^- ,	Нет	Соли бария и серебра растворимы в воде

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.

5. 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. Осадок высушивают, иногда прокаливают и взвешивают на аналитических весах. Количество вещества обычно эквивалентно количеству вещества, вступившего в реакцию, поэтому количество осадка можно рассчитать количество исходного вещества. Основной операцией весового анализа является взвешивание на аналитических весах.

Объемные методы предусматривают определение количества раствора реагента с точной концентрацией, пошедшего на взаимодействие с определяемым веществом. Так как количество

реагента эквивалентно количеству вещества, то по объему реагента, вступившего в реакцию, можно рассчитать количество анализируемого вещества. Раствор реагента называют *рабочим раствором*. При использовании объемных методов анализа для определения точки эквивалентности применяют особые вещества – *индикаторы точки эквивалентности*, изменяющие свой цвет по достижению ее. Количество раствора реагента в объемном анализе определяют с помощью титрования.

Титрование – постепенное добавление раствора реагента к раствору определяемого 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, методы осаждения, методы окисления-восстановления и методы комплексонометрии*.

Методы окисления-восстановления в свою очередь называют по применяемым реагентам: метод перманганатометрии, метод йодометрии, метод хроматометрии и др. В объемном анализе основной операцией является операция титрования.

Различают прямое, обратное титрование и титрование заместителя. При прямом титровании к раствору определяемого вещества добавляют небольшими порциями раствор титранта (рабочий раствор). Точку эквивалентности определяют индикаторами или физико-химическими методами. По количеству пошедшего на титрование раствора рассчитывают результаты анализа.

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.

Вопросы для самоконтроля:

1. Основные задачи количественного анализа.
2. Основные требования к реакциям, используемым в количественном анализе.
3. Сущность объемного метода анализа.
4. Основные операции весовых и объемных методов анализа.

5. Методы титриметрического анализа.

6. Способы фиксирования точки эквивалентности в титриметрическом анализе.

6. 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 готовятся 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 оптические, электрохимические, хроматографические и т.п.

В оптических 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.

6.1. Оптические методы анализа

Суть оптических 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. Различают фотокolorиметрический и спектрофотометрический методы.

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

Фотоэлектрокolorиметрия – 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 фотоэлектрокolorиметре (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 фотоэлектрокolorиметрии изучается зависимость изменения интенсивности светового потока, прошедшего через окрашенный раствор. 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.

Спектрофотометрия – метод исследования и анализа веществ, основанный на измерении спектров поглощения в оптической области электромагнитного излучения. Светопоглощение измеряют с помощью фотоэлемента по изменению силы тока, возникающего в нем, при падении на фотоэлемент 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.

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. 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.

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 фотоколориметрии окрашенных растворов.

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.

6.2. Электрохимические методы анализа

Электрохимические методы анализа – это совокупность методов качественного и количественного анализов, основанных на электрохимических явлениях, происходящих в исследуемой среде или на границе раздела фаз и связанных с изменением структуры, химического состава или концентрации анализируемого вещества.

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

Кроме того, к электрохимическим методам анализа относят методы, основанные на измерении электропроводности (кондуктометрия) или потенциала электрода (потенциометрия). Некоторые электрохимические методы применяются для нахождения конечной точки титрования (амперометрическое титрование, кондуктометрическое титрование, потенциометрическое титрование, кулонометрическое титрование).

По способу применения электрохимические методы можно классифицировать на *прямые*, в которых концентрацию веществ измеряют по показанию прибора, и *косвенные* (электрохимическое титрование), где индикацию точки эквивалентности фиксируют с помощью электрохимических измерений. В соответствии с этой классификацией различают потенциометрию и потенциометрическое титрование, кондуктометрию и кондуктометрическое титрование и т.д.

Электрохимические методы также классифицируют в зависимости от типа явлений, измеряемых в процессе анализа. Различают две группы электрохимических методов:

1. Методы без наложения постороннего потенциала, основанные на измерении разности потенциалов, которая возникает в электрохимической ячейке, состоящей из электрода и сосуда с исследуемым раствором. Эту группу методов называют *потенциометрическими*. В потенциометрических методах используют зависимость равновесного потенциала электродов от концентрации ионов, участвующих в электрохимической реакции на электродах.

2. Методы с наложением постороннего потенциала, основанные на измерении:

а) электрической проводимости растворов (*кондуктометрия*); б) количества электричества, прошедшего через раствор (*кулонометрия*); в) зависимости величины тока от приложенного потенциала (*вольт-амперометрия*) и т.д. В методах этой группы на электроды электрохимической ячейки налагают посторонний потенциал.

Основным элементом приборов для электрохимического анализа является *электрохимическая ячейка*. В методах без наложения постороннего потенциала она представляет собой *гальванический элемент*, в котором вследствие протекания химических окислительно-восстановительных реакций возникает электрический ток. В ячейке типа гальванического элемента в контакте с анализируемым раствором находятся два электрода – *индикаторный электрод*, потенциал которого зависит от концентрации вещества, и электрод с постоянным потенциалом – *электрод сравнения*, относительно которого измеряют потенциал индикаторного электрода. Измерение разности потенциалов производят специальными приборами-потенциометрами.

В методах с наложением постороннего потенциала применяют *электрохимическую ячейку*, на электродах которой под действием наложенного потенциала происходит электролиз – окисление или восстановление вещества. В кондуктометрическом анализе используют кондуктометрическую ячейку, в которой измеряют электрическую проводимость раствора.

Одним из важнейших электрохимических методов является *потенциометрия*. В основе потенциометрии лежит определение активности (концентрации) вещества (иона) основанное на измерении потенциала.

Для потенциометрического определения концентрации вещества в растворе применяют как прямую потенциометрию, так и потенциометрическое титрование, хотя второй способ используют намного чаще первого.

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 (потенциалоопределяющего) вещества в

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

Величина ЭДС, генерируемая 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.

Определение концентрации вещества в прямой потенциометрии проводят обычно методом *градуировочного графика*. Готовят серию из 5-7 эталонных растворов с известным содержанием определяемого вещества. Эталонные растворы последовательно вносят в электрохимическую (потенциометрическую) ячейку. Измеряют ЭДС эталонных растворов, тщательно промывая дистиллированной водой электроды и стакан перед заполнением ячейки каждым эталонным раствором. По полученным данным строят градуировочный график в координатах ЭДС - $\lg c$, где c – концентрация определяемого вещества в эталонном растворе. Обычно такой график представляет собой прямую линию. Затем в электрохимическую ячейку вносят (после промывания ячейки дистиллированной водой) анализируемый раствор и измеряют ЭДС ячейки. По градуировочному графику находят $\lg c(x)$, где $c(x)$ – концентрация определяемого вещества в анализируемом растворе.

Метод применяется для определения концентрации ионов водорода (рН растворов), анионов, ионов металлов (ионометрия).

Большую роль при использовании прямой потенциометрии играет выбор подходящего индикаторного электрода и точное измерение равновесного потенциала.

При определении рН растворов в качестве индикаторных используют электроды, потенциал которых зависит от концентрации ионов водорода: стеклянный, водородный, хингидронный и некоторые другие. Чаще применяют мембранный стеклянный электрод, обратимый по ионам водорода. Мембранные ион-селективные электроды используют в ионометрии в качестве индикаторных для определения различных катионов щелочных и щелочно-земельных металлов, а также железа, никеля, кадмия. Кроме того, возможно определение галогенид-анионов, сульфид-анионов и др.

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, путем измерения ЭДС (в процессе титрования) с помощью гальванической цепи, составленной из индикаторного электрода и электрода сравнения. В процессе этого титрования в зависимости от концентрации раствора титранта изменяется потенциал индикаторного электрода. При потенциометрическом титровании вблизи точки эквивалентности величина потенциала индикаторного электрода резко изменяется вследствие резкого изменения концентрации титруемого раствора. Это является признаком конца титрования.

Измеряют изменение потенциала индикаторного электрода в процессе титрования в зависимости от объема прибавленного титранта. По полученным данным строят кривую потенциометрического титрования и по этой кривой определяют объем израсходованного титранта в точке эквивалентности.

При потенциометрическом титровании не требуется использование индикаторов, изменяющих окраску вблизи точки эквивалентности. Титрант прибавляют равными порциями, каждый раз измеряя разность потенциалов. В конце титрования (вблизи точки эквивалентности) титрант прибавляют по каплям, также измеряя разность потенциалов после прибавления очередной порции титранта. Разность потенциалов между электродами измеряют с помощью потенциометра.

Потенциометрическое титрование является универсальным методом, его можно применять для индикации конца титрования во всех типах титрования: кислотно-основном, осадительном, окислительно-восстановительном, комплексонометрическом, при титровании в неводных средах. В качестве индикаторных используют стеклянный, ртутный, ион-селективный, платиновый, серебряный электроды, а в качестве электродов сравнения – каломельный, хлорсеребряный, стеклянный.

Метод обладает высокой точностью, большой чувствительностью; позволяет проводить титрование в мутных, окрашенных, неводных средах, отдельно определять компоненты смеси в одном анализируемом растворе, например, отдельно

определять хлорид- и иодид-ионы при аргентометрическом титровании.

В лабораторной практике потенциометрию используют для количественного определения кислотности желудочного сока, мочи, концентрации сахара в крови. В клинико-диагностических лабораториях потенциометрическое титрование используют для приготовления точных растворов кислот, оснований.

6.3. 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 может 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: водород, гелий, азот, аргон, углекислый газ. Газ-носитель не реагирует с неподвижной фазой и разделяемыми веществами. В качестве неподвижной фазы в газо-адсорбционной (газо-твёрдофазной) хроматографии используется твёрдый носитель (силикагель, уголь, оксид алюминия), а в газо-жидкостной - жидкость, нанесённая на поверхность инертного носителя.

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

Главным прибором для этого метода исследований является газовый хроматограф, который состоит из следующих блоков: источник газа-носителя (подвижной фазы), регулятор расхода газа носителя, устройство ввода пробы – хроматографическая колонка в термостате, детектор, электронный усилитель, регистрирующий прибор (самописец, компьютер), расходомер.

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.

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 *обратно 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. Измеряемые свойства, лежащие в основе оптических, хроматографических и потенциометрических методов анализа.
4. Колориметрический метод анализа.
5. Закон Ламберта-Бугера-Бера.
6. Объяснить явление сорбции.

7. 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.

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*.

$$Q = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n - x_1} \quad (9)$$

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) отработку 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 $n=1-10$

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (10)$$

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,

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

Вопросы для самоконтроля:

1. Виды ошибок количественного анализа.
2. Систематические и случайные погрешности.
3. Способы устранения систематических погрешностей.

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.

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, пробирконагреватель, 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 40 °С.
5. Поместить круглодонную колбу с водой в колбонагреватель, установить термометр, нагреть до 60 °С.
6. Используя нагревательную панель, нагреть колбу Эрленмейера с раствором хлорида натрия до 50 °С.
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 нею 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 100-110 °С.

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 минуты. 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 грамм 8 % раствора хлорида калия.

3. Приготовить для хранения.

4. Составить алгоритм для приготовления раствора аналитической концентрации.

5. Рассчитать и приготовить 250 мл 0,02 N раствора хлорида калия по точно взятой навеске.
6. Приготовить для хранения.

Лабораторная работа № 8. Основы качественного анализа

Часть 1. Качественный анализ катионов I, III, V групп

Лабораторную работу оформить в виде таблицы

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 потереть 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 дигидротартратом натрия. 5 капель раствора хлорида натрия внести в пробирку, добавить 5 капель дигидротартрата 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 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.

3. 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 добавляют раствор гидроксида аммония до образования кристаллического осадка.

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

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

1. Анализ анионов I группы (ход эксперимента):

Общая реакция с хлоридом бария. К 3 каплям раствора хлорида бария добавляют 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 пробирки 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 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. 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. Закрывать 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.

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 ОБЪЁМА ЖИДКОСТИ

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

3. НАЗНАЧЕНИЕ БЮРЕТКИ – ЭТО

- 1) определение точного объёма 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 миллилитре раствора
- 2) 200 граммах воды
- 3) 100 граммах раствора
- 4) 1 литре 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) фильтрация
- 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 негорящем 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

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 увеличилось 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 N 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 %, детям – 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 %.*

ТВЕТЫ НА ТЕСТОВЫЕ ЗАДАНИЯ

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

ОТВЕТЫ НА СИТУАЦИОННЫЕ ЗАДАЧИ

Задача № 1.

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

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

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

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

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

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

Задача № 2.

1. Для определения числа молей нитрата серебра, необходимых для титрования, необходимо воспользоваться формулой:

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

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: $m = 0,00202 \text{ моль} \cdot 35,5 \text{ г/моль} = 0,0717 \text{ г}$.

2. Процентное содержание хлорид-ионов в 10 г образца воды составляет $w = 0,0717 / 10 \cdot 100 \% = 0,717 \%$.

Задача № 3.

1. 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, плазмсорбции, 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.

2. 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.

1. 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:

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

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

Задача № 5

1. 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:

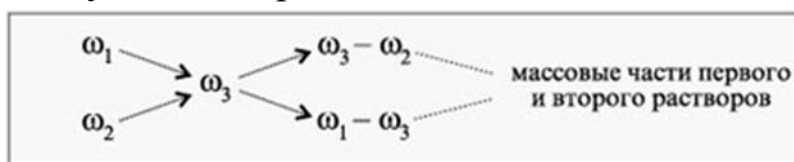
$$N(\text{HCl}) = 5,32 \cdot 0,09 / 5 = 0,0954 \text{ моль/л.}$$

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

3. 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 запишешь справа внизу.

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

2. 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: учебное пособие / Л. М. Пустовалова, И. Е. Никанорова. – 2-е изд., перераб. и доп. – Ростов-на-Дону: Феникс, 2015. – 300 с.
2. Саенко, О. Е. Аналитическая химия: учебник для средних специальных учебных заведений / О. Е. Саенко. – 2-е изд., перераб. доп. – Ростов-на-Д.: Феникс, 2013г. – 287 с.
3. Пустовалова, Л. М. Неорганическая химия / Л. М. Пустовалова, И. Е. Никанорова. – Ростов-на-Дону: Феникс, 2015. – 352 с.

Дополнительная литература:

1. Кишкун, А. А. Клиническая лабораторная диагностика: учебное пособие для медицинских сестер / А. А. Кишкун. – М: ГЭОТАР-Медиа, 2013. – 720 с.
2. Валова, В. Физико-химические методы анализа: практикум / В. А. Валова (Копылова), Л. Т. Абесадзе. – М.: изд. Торг. корпорация «Дашков и К», 2011. – 224 с.
3. Справочное руководство по аналитической химии и физико-химическим методам анализа: Учебное пособие/ И. В. Тикунова, Н. В. Дробницкая, А. И. Артеменко и др. – М.: Абрис, 2012. – 413 с.

Учебное издание

Ольга Александровна ПолOMEева

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

Учебно-методическое пособие

Редакционно-издательский отдел СибГМУ

634050, г. Томск, пр. Ленина, 107

тел. 8(382-2) 51-41-53

факс. 8(382-2) 51-53-15

E-mail: bulletin@bulletin.tomsk.ru

Подписано в печать 05.07. 2016 г.

Формат 60x84 $\frac{1}{16}$. Бумага офсетная.

Печать ризограф. Гарнитура «Times». Печ. Лист 4,18

Тираж 50 экз.

Отпечатано в лаборатории оперативной полиграфии СибГМУ

634050, Томск, ул. Московский тракт, 2