

МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ
ЗАПОРІЗЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

КАФЕДРА БІОЛОГІЧНОЇ ХІМІЇ ТА ЛАБОРАТОРНОЇ ДІАГНОСТИКИ

Техніка лабораторних робіт

Модуль 1. Методи аналізу речовин.

Практикум

*для самостійної аудиторної та позааудиторної роботи студентів I курсу
медичного факультету*

зі спеціальності: 6.120102 «Лабораторна діагностика»

**Запоріжжя
2014**

МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ
ЗАПОРІЗЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

КАФЕДРА БІОЛОГІЧНОЇ ХІМІЇ ТА ЛАБОРАТОРНОЇ ДІАГНОСТИКИ

Техніка лабораторних робіт

Модуль 1. Методи аналізу речовин.

Практикум

*для самостійної аудиторної та позааудиторної роботи студентів I курсу
медичного факультету*

студента _____

_____ групи I курсу медичного факультету

зі спеціальності: 6.120102 «Лабораторна діагностика»

**Запоріжжя
2014**

Затверджено на засіданні Центральної методичної Ради ЗДМУ
протокол № __ від «__» ____ 2014 р.

Практикум з техніки лабораторних робіт для студентів 1 курсу медичного
факультету зі спеціальності: 6.120102 «Лабораторна діагностика» склали:

- © Александрова К.В. – д.х.н., професор
- © Білоконь Л.Є. - к.б.н., ст. викладач
- © Макоїд О.Б. – к.б.н., доцент

Під загальною редакцією зав. кафедри біохімії та лабораторної
діагностики д.хім.н., проф. Александрової К.В.

Рецензенти:

Професор кафедри органічної та біоорганічної хімії д.фарм.н. Прийменко
Б.О.

Завідувач кафедри медичної біології, паразитології і генетики к.б.н.
доцент Приходько О.Б.

Передмова

Запропонований практикум є необхідним додатковим методичним посібником для вивчення студентами 1-го курсу медичного факультету спеціальності «Лабораторна діагностика» техніки лабораторних робіт.

При підготовці до практичного заняття студенту необхідно опрацювати теоретичну частину питань до заняття, використовуючи рекомендований список літератури (основний і додатковий) і інформаційний матеріал. Потім студент має перевірити себе, використовуючи тестові завдання, які рекомендовані для самоконтролю засвоєння навчального матеріалу. Крім цього, студент має розв'язати тести ліцензійного іспиту «Крок-1», які за смисловим навантаженням мають відношення до практичного заняття. У ході домашньої підготовки студент повинен ознайомитися з інформаційним матеріалом з теми та методиками лабораторних робіт, які мають проводитися на занятті, осмислити техніку їх виконання.

У практикумі міститься також необхідна інформація щодо індивідуальної роботи студентів, питання для підготовки до підсумкового контролю з модулю 1.

ПЛАН ЛАБОРАТОРНО-ПРАКТИЧНИХ ЗАНЯТЬ

№ з/п	ТЕМА	Кількість годин
МОДУЛЬ 1 «ОРГАНІЗАЦІЯ РОБОТИ ЛАБОРАТОРІЙ».		
ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 1. Лабораторний посуд та обладнання.		
1	Організація роботи лабораторії. Техніка безпеки.	3
2	Лабораторний посуд. Вимірювальний посуд і техніка роботи з ним.	3
3	Металеve обладнання та інструментарій.	3
4	Лабораторні нагрівальні прилади. Догляд за лабораторним посудом. Стерилізація.	3
ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 2. Методи ототожнювання речовин. Терези. Реактиви. Розчини.		
5	Методи ототожнювання речовин – щільність, температура плавлення, температура кипіння. Термометри. Ареометри.	3
6	Ваги, їх види, будова.	3
7	Ваги, техніка зважування	3
8	Реактиви. Очищення реактивів. Фільтрування. Екстракція. Центрифугування.	3
9	Розчини. Способи вираження складу розчинів..	3
10	Розчини. Розрахунки та приготування розчинів приблизної концентрації та їх зберігання.	3
11	ПІДСУМКОВИЙ КОНТРОЛЬ З МОДУЛЮ 1. «Організація роботи лабораторії»	3
МОДУЛЬ 2. МЕТОДИ АНАЛІЗУ РЕЧОВИН.		
ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 3. Методи якісного аналізу речовин		
12	Розрахунки і приготування точних розчинів.	3
13	Медичні вимірювальні прилади, їх будова. Техніка роботи з рН-метром.	3
14	Методи аналізу речовин Якісний аналіз органічних речовин.	3
ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 4. Методи кількісного аналізу речовин.		
15	Методи кількісного аналізу. Хроматографія на папері.	3
16	Методи об'ємного аналізу. Титриметрія. Кислотно-лужний тип титрування. Техніка титрування. Розрахунки при об'ємних визначеннях	3
17	Окислювально-відновний метод титрування. Перманганатометрія. Розрахунки.	3
18	Оптичні методи кількісного аналізу речовин. Фотоелектроколориметрія.	3
19	Побудування колориметричної кривої и розрахунки маси речовини в досліджуваному розчині.	3
20	ПІДСУМКОВИЙ КОНТРОЛЬ З МОДУЛЮ 2 «МЕТОДИ АНАЛІЗУ РЕЧОВИН».	3
	Усього годин	60

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 1

Лабораторний посуд та обладнання.

ЗАНЯТТЯ № 1

1. ТЕМА. Організація роботи лабораторії. Техніка безпеки.

2. АКТУАЛЬНІСТЬ ТЕМИ:

Хімічний аналіз можна проводити тільки в лабораторії з певним устаткуванням. Робота в хімічній лабораторії пов'язана з використанням різних хімічних речовин - реактивів. Чистота реактивів має першорядне значення для правильності результатів аналізу. Тому обізнаність з загальними правилами роботи в хімічній лабораторії, раціональної організації робочого місця (лабораторного робочого столу), реактивами та правилами поводження з ними є першочерговими при підготовці фахівця з лабораторної біохімії. Хімічний аналіз можна виконувати тільки після доброї обізнаності з технікою безпеки у хімічній лабораторії.

3. МЕТА ЗАНЯТТЯ: Вивчити вимоги до приміщення лабораторії, устаткування лабораторії. Вивчити правила техніки безпеки. Ознайомитися з видами хімічних реактивів. Навчитися користуватися різними видами хімічних реактивів. Вивчити правила миття і сушки хімічного посуду.

4. ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ ПІД ЧАС ПІДГОТОВКИ ТА ПРОВЕДЕННЯ ЗАНЯТТЯ.

4.1. ТЕОРЕТИЧНІ ПИТАННЯ ДО ЗАНЯТТЯ

1. Зміст і мета дисципліни.
2. Види лабораторій, їх призначення.
3. Вимоги до приміщень лабораторій (клініко-діагностичної, мікробіологічної, санітарно-гігієнічної та ін.).
4. Обладнання цих лабораторій.
5. Організація робочого місця.
6. Права, обов'язки і вимоги до лаборантів медичного профілю.
7. Спецодяг лаборанта (халат, гумові рукавички, запобіжні окуляри).

8. Техніка безпеки під час роботи в лабораторіях.
9. Перша допомога при порізах, термічних опіках, опіках кислотами та лугами.

Інформаційний матеріал

Сучасна лабораторія представляє собою високотехнологічне підприємство, що має в своєму розпорядженні цілий парк обладнання та приладів. Однак людський фактор - найбільш поширена причина помилок при постановці аналізів. Навіть найпростіше дослідження залежить від умов конкретної лабораторії. Тому один і той же аналіз, виконаний в різних лабораторіях, може радикально відрізнятись.

Більш як одну третину всіх лабораторних клінічних досліджень складають клінічні біохімічні тести.

Найчастіше біохімічні лабораторії виконують «базові», або «основні», дослідження — дослідження, які найчастіше призначаються лікарями та є діагностично більш значущими для пацієнтів. Поширеними є певні комбінації біохімічних досліджень (сечовина і електроліти, тести функції печінки, газу крові). Не кожна лабораторія обладнана для виконання всіх можливих біохімічних тестів. Ряд спеціальних досліджень для діагностики рідкісних захворювань може виконуватися тільки в централізованих лабораторіях або діагностичних центрах.

Ще одна група біохімічних досліджень пов'язана з необхідністю термінового ухвалення рішення клініцистами в екстрених ситуаціях — це так звані ургентні тести, або тести при невідкладних станах. В даний час в біохімічних лабораторіях виконується близько 400 різних тестів: від дуже простих (визначення вмісту глюкози) до дуже складних (ДНК-аналіз, скринінг лікарських рецепторів, розділення ліпопротеїнових фракцій).

Основні правила техніки безпеки при роботі у біохімічній лабораторії.

- На робочому місці слід підтримувати чистоту і порядок.
- У лабораторії заборонено приймати їжу, пити і палити.

- Весь посуд повинен мати чіткий і міцний напис.



Старі написи необхідно видалити з посуду.

Не можна використовувати пошкоджений посуд.

У всіх випадках, коли є небезпека для очей, треба надягати захисні окуляри.

Особлива обережність потрібна при роботі з посудом, що знаходиться під вакуумом (посудини Д'юара, вакуум-ексикатори, прилади для перегонки під тиском), а також при роботі з лужними металами. У цих випадках окрім захисних окулярів необхідні захисні екрани або сітки, захисні рукавички.



При роботі з подразнюючими, отруйними чи неприємно пахнучими газами або парами потрібно користуватися витяжною шафою. Вікна шафи закривати та не нахилитися всередину шафи!

Не можна переносити склянки з їдкими, отруйними або горючими реактивами, тримаючи їх за шийку. Склянку завжди треба підтримувати знизу.

Балони із стислими газами зберігають або в горизонтальному положенні, або закріплюють (наприклад, ланцюгами).

Запобіжні засоби

- При роботі з легкозаймистими речовинами поблизу не повинно бути відкритого полум'я. Нагрівання проводять за допомогою бань (водяних, масляних, парафінових, повітряних, піщаних).

- Нагрівання горючих речовин (наприклад, перегонку) ведуть тільки під постійним наглядом.
- Горючі речовини повинні зберігатися на робочому місці лише в невеликих кількостях.
- У сушильних шафах не можна випаровувати горючі рідини або сушити осади, які містять їх.
- Горючі рідини, що не змішуються з водою, не можна зливати в каналізацію. Їх потрібно регенерувати або знищувати(наприклад, спалювати).

Поведінка при пожежі

- Видалити займісті предмети. Вимкнути газ. Вимкнути рубильник електропостачання.
- Використовувати вогнегасник (переважно вуглекислотний або наповнений чотирихлористим вуглецем).
- Увага! При користуванні вогнегасником з чотирихлористим вуглецем існує небезпека отруєння парами або фосгеном, що утворився. Після пожежі необхідно добре провітрити приміщення!
- Пожежі, викликані лужними металами, не можна гасити ні водою, ні чотирихлористим вуглецем, ні вуглекислотою. Застосовують сухий пісок.
- Одяг, що горить, гасити або за допомогою спеціального душу, або загортанням в ковдру. В крайньому випадку, одяг можна погасити, катаючись по підлозі.
- При будь-якому загорянні повідомити викладача і завідувача кафедрою. При значних пожежах діють за планом тривоги і евакуації: приводять в дію систему сповіщення про пожежу, вимикають струм і газ головними рубильниками (кранами), по телефону сповіщають відповідних керівників (ректора, інспектора по техніці безпеки, лікаря).

- Всі особи, не зайняті гасінням пожежі, негайно покидають приміщення. При цьому слід переконатися, що ніхто випадково не залишився непоміченим.

Про реактиви та поводження з ними

По своєму призначенню реактиви можуть бути розділені на дві основні групи: загальноновживані і спеціальні.

Загальноновживані реактиви є в будь-якій лабораторії, і до них відноситься порівняно невелика група хімічних речовин: кислоти (соляна, азотна і сірчана), луги (розчин аміаку, їдкі натр і калі), окисли кальцію і барію, ряд солей, переважно неорганічних, індикатори (фенолфталеїн, метиловий оранжевий і ін.).

Спеціальні реактиви застосовуються тільки для певних робіт.

По чистоті реактиви діляться на хімічно чисті (х.ч.), чисті для аналізу (ч.д.а.), чисті (ч.).

Крім того, є реактиви кондицій: технічний (техн.), очищений (оч.), особливої чистоти (ос.ч.), вищого очищення (в.оч.) і спектрально чистий (сп.ч.).

Для реактивів кожного з цих категорій встановлений певний допустимий вміст домішок.

Ті, хто працює в лабораторії, повинні знати основні властивості вживаних ними реактивів, особливо ж ступінь їх отруйності і здатність до утворення вибухонебезпечних і вогненебезпечних сумішей з іншими реактивами.

З метою економії реактивів (особливо найбільш цінних) готувати розчини потрібно в такій кількості, яка необхідна для роботи.

Перед узяттям реактиву з банки потрібно оглянути її горло і видалити з нього все, що може потрапити в речовину, що пересипається, і забруднити його (пил, парафін, мастики і ін.). Дуже зручно брати реактиви з банки за допомогою фарфорової ложки, фарфорового шпателя або ж пересипати їх через лійку для порошків (мал. 1).



Мал. 1. Лійка для порошків

Лійку вставляють в горло банки, в яку пересипають ту або іншу речовину; цією ж лійкою можна користуватися при переливанні дуже густих, в'язких рідин.

Необхідно стежити, щоб на всіх банках з реактивами обов'язково були або етикетки з позначенням, що знаходиться в банці, або написи, зроблені восковим олівцем для скла чи маркером. Якщо на банці з реактивом немає етикетки або напису, такий реактив застосовувати не можна.

Перш ніж насипати реактив в банку, її потрібно добре вимити і висушити, заздалегідь підібравши до неї корок. У непросушені банки пересипати реактив не можна.

При зважуванні сухих реактивів, не можна насипати їх прямо на чашку вагів, оскільки при цьому можливе псування терезів.

При зберіганні гігроскопічних речовин або таких, які можуть змінюватися при зіткненні з повітрям, банки мають бути герметизовані, для цього корки їх заливають парафіном, менделеевскою мастикою або сургучем.

Реактиви, що змінюються під дією світла, зберігають в жовтих або темних склянках, іноді вставлених в картонну коробку.

Деякі реактиви при тривалому зберіганні змінюються або навіть розкладаються, наприклад анілін при зберіганні жовтіє. Такі реактиви перед вживанням слід очистити або перегонкою, або фільтруванням через адсорбенти (активоване вугілля, силикагель і так далі), або іншими прийомами, залежно від властивостей речовини.

Деякі реактиви відзначаються здатністю займатися, до них відносяться білий або жовтий фосфор, пірофосфорні метали, металорганічні сполуки (наприклад, етилат алюмінію). До вогнебезпечних реактивів, зберігання яких вимагає особливих умов, відносяться: ефіри (діетиловий, аміловий і ін.),

спирти (метиловий, етиловий, бутиловий і ін.), вуглеводні (бензин, газолін, петролейний ефір, гас і ін.), ароматичні сполуки (бензол, толуол, ксилол), сірковуглець, ацетон і ін.

Самозаймисті і вогнебезпечні речовини слід зберігати тільки у відповідній тарі.

При переливанні рідин з великих бутлів можливе проливання рідини і попадання її на одяг і руки. Тому в лабораторії або на складі потрібно обов'язково мати спеціальні металеві стояки, які дають можливість легко нахилити бутлі. Для переливання рідин зручно застосовувати насадки-диспенсери (мал. 3) на горло великих бутлів. Для цієї ж мети застосовують сифони.



Мал. 2. Сифон Мал. 3. Насадка на бутлі для переливання рідин - диспенсер.

При переливанні рідин потрібно обов'язково користуватися лійками (мал. 4).



Мал. 4. Лійки для рідин

Таким чином, про реактиви і поводження з ними треба пам'ятати наступне:

1. Реактиви необхідно оберігати від забруднення.
2. Реактиви слід витрачати економно.
3. На всіх склянках з реактивами завжди мають бути етикетки з вказівкою назви реактиву і ступеня його чистоти.

4. Реактиви, що змінюються під дією світла, слід зберігати тільки в жовтих або темних склянках.
5. Особливої обережності слід дотримуватися при поводженні з отруйними, вогнебезпечними або шкідливими речовинами, з концентрованими кислотами і лугами.
6. З вогнебезпечними реактивами слід працювати далеко від вогню і ввімкнених нагрівальних приладів.

5. МАТЕРІАЛИ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Яку допомогу необхідно надати потерпілому при: а) пораненні; б) отруєнні бромом або хлором; у) отруєнні йодом) отруєнні лугами, кислотами; д) при опіках?
2. Як розділяються реактиви по ступеню чистоти? Що таке «кваліфікація» реактиву?
3. Як зберігати великі кількості концентрованих кислот?
4. Чому, наливаючи кислоти в ємкості, необхідно тримати їх так, щоб етикетка була зверху?
5. Як зберігають реактиви, які змінюються при дії світла? Перерахуйте такі реактиви.
6. Чому реактиви не можна зберігати відкритими?

ЗАНЯТТЯ № 2

1. ТЕМА. Лабораторний посуд. Вимірювальний посуд і техніка роботи з ним.

2. АКТУАЛЬНІСТЬ ТЕМИ: Без використання хімічного посуду неможливо провести аналізи ні в одній лабораторії. Знання типів і різновидів хімічного посуду визначає точність і правильність проведення аналізів.

Чистота хімічного посуду при аналітичних дослідженнях має величезне значення. Іноді при використанні недостатньо вимитого хімічного посуду можуть бути отримані нереальні результати і зроблені невірні висновки.

3. МЕТА ЗАНЯТТЯ: Ознайомитися з видами хімічного посуду. Вивчити лабораторний інструментарій. Навчитися користуватися різними видами хімічного посуду. Вивчити правила миття і сушки хімічного посуду.

4. ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ ПІД ЧАС ПІДГОТОВКИ ТА ПРОВЕДЕННЯ ЗАНЯТТЯ.

4.1. ТЕОРЕТИЧНІ ПИТАННЯ ДО ЗАНЯТТЯ

1. Ознайомлення з різними видами лабораторного посуду, його призначенням і правилами користування ним.
2. Скляний посуд загального призначення: пробірки, хімічні склянки, колби круглодонні і плоскодонні, конічні і круглі, лійки прості, кристалізатори.
3. Холодильники прямі і зворотні.
4. Скляний посуд спеціального призначення: колби круглодонні (В'юрця, Арбузова, Клайзена, К'єндаля), колби Бунзена, поглинальні та промивні склянки, крапельні і ділильні лійки, чашки Петрі, бюкси, годинникові скельця, ексікатори, хлоркальцієві трубки, скляні тиглі, крапельниця, лійки з пористим дном та інш.
5. Піпетки й капіляри: капіляри Панченкова, капілярні піпетки від гемометра Салі, пастерівські піпетки.
6. Фарфоровий посуд: тиглі, ступки, випарювальні чашки, склянки, лійки Бюхнера.

Інформаційний матеріал

Скляний посуд

Вживаний в лабораторіях хімічний посуд може бути розділений на ряд груп. За призначенням посуд можна розділити на посуд загального призначення, спеціального призначення і вимірювальний. За матеріалом — на посуд з простого скла, спеціального скла та кварцу.

До *групи загального призначення* відносяться ті предмети, які завжди мають бути в лабораторії і без яких не можна провести більшість робіт.

Такими є: пробірки, лійки прості і ділильні, стакани, плоскодонні колби, кристалізатори, конічні колби - Ерленмейєра, колби Бунзена, холодильники, реторти, колби для дистильованої води, трійники, крани.

До *групи спеціального призначення* відносяться ті предмети, які вживаються для однієї якої-небудь мети, наприклад: апарат Кипу, апарат Сокслета, прилад К'ельдаля, дефлегматори, склянки Вульфа, склянки Тіщенко, пікнометри, ареометри, склянки Дрекслея, калі-апарати, прилад для визначення двоокису вуглецю, круглодонні колби, спеціальні холодильники, прилад для визначення молекулярної ваги, прилади для визначення температури плавлення і кипіння і ін.

До вимірювального посуду відносяться: мірні циліндри і мензурки, піпетки, бюретки і мірні колби.

Посуд загального призначення:

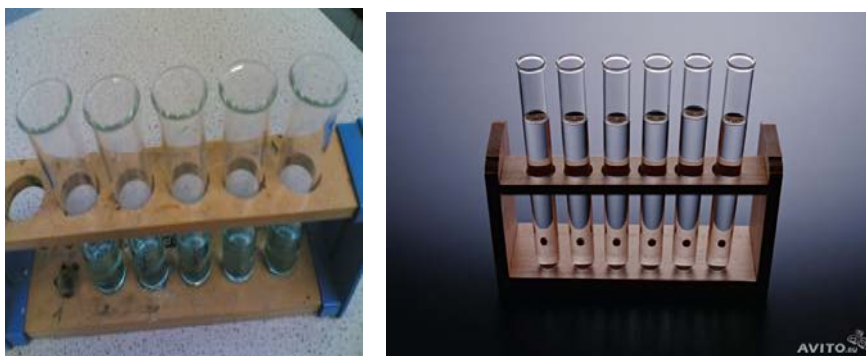
Пробірки (мал. 5) є вузькими циліндрової форми посудинами із закругленим дном. Вони бувають різної величини і діаметру і з різного скла. Звичайні лабораторні пробірки виготовляють з легкоплавкого скла, але для особливих робіт, коли потрібне нагрівання до високих температур, пробірки виготовляють з тугоплавкого скла або кварцу.



Мал. 5. Пробірки

Окрім звичайних, простих пробірок, застосовують також градуйовані і конічні (центрифужні) пробірки.

Для зберігання пробірок, що знаходяться в роботі, застосовуються спеціальні дерев'яні, пластмасові або металеві штативи (Мал.6.).



Мал.6. Штатив для пробірок.

Пробірки застосовують для проведення головним чином аналітичних або мікрохімічних робіт. При проведенні реакцій в пробірці реактиви не слід застосовувати в дуже великій кількості. Абсолютно неприпустимо, щоб пробірка була наповнена по самі вінця.

Іноді в пробірку потрібно ввести тверду речовину (порошок, кристали і т. п.), для цього використовують шпатель. Пробірку тримають в лівій руці, нахиливши її горизонтально, і вводять в неї шпатель майже до дна. Потім пробірку ставлять вертикально і злегка ударяють по ній. Коли вся тверда речовина висипається, шпатель виймають.

Для перемішування налитих реактивів пробірку тримають великим і вказівним пальцями лівої руки за верхній кінець, і підтримують її середнім пальцем, а вказівним пальцем правої руки ударяють косим ударом по низу пробірки. Цього досить, щоб її вміст був добре перемішаний. Абсолютно неприпустимо закривати пробірку пальцем і струшувати її у такому вигляді; при цьому можна не тільки ввести що-небудь стороннє в рідину, що знаходиться в пробірці, але іноді і пошкодити шкіру пальця, отримати опік і ін. Якщо пробірка наповнена рідиною більш ніж наполовину, вміст перемішують скляною паличкою.

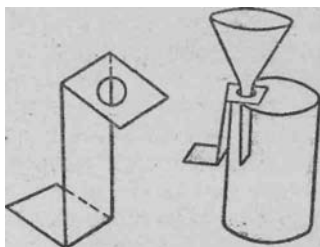
Лійки служать для переливання рідин, для фільтрування. Хімічні лійки випускають різних розмірів, верхній діаметр їх складає 35, 55, 70, 100, 150, 200, 250 і 300 мм. Звичайні лійки мають рівну внутрішню стінку, але для прискореного фільтрування іноді застосовують лійки з ребристою

внутрішньою поверхнею. Лійки для фільтрування завжди мають кут 60° і зрізаний довгий кінець (мал. 4.).

При роботі лійки встановлюють або в спеціальному штативі, або в кільці на звичайному лабораторному штативі.

При переливанні рідини в бутель або колбу не слід наповнювати лійку по самі вінця.

Якщо лійка щільно прилягає до горла посудини, в яку переливають рідину, то переливанню важко, оскільки усередині посудини створюється підвищений тиск. Тому лійку час від часу потрібно підводити. Ще краще зробити між лійкою і горлом посудини щілину, вклавши між ними, наприклад, шматочок паперу (мал. 7). При цьому потрібно стежити, щоб прокладка не потрапила в посуд. Доцільніше застосовувати дротяний трикутник, який можна зробити самому. Цей трикутник поміщають на горло посудини і потім вставляють лійку.



Мал.7. Пристосування для кріплення лійки на стакані

Існують спеціальні гумові або пластмасові насадки на шийку посуду, які забезпечують поєднання внутрішньої частини колби із зовнішньою атмосферою.

Для аналітичних робіт при фільтруванні краще користуватися аналітичними лійками (мал. 8).



Мал. 8. Аналітичні лійки.

Особливість цих лійок полягає в тому, що вони мають подовжений зрізаний кінець, внутрішній діаметр якого у верхній частині менший, ніж в нижній частині; така конструкція прискорює фільтрування.

Крім того, бувають аналітичні лійки з ребристою внутрішньою поверхнею (мал. 9), що підтримує фільтр, і з кулястим розширенням в місці переходу лійки в трубку. Лійки такої конструкції прискорюють процес фільтрування майже в три рази в порівнянні із звичайними лійками.



Мал. 9. Аналітична лійка з ребристою внутрішньою

поверхнею.

Для розділення рідин, що не змішуються (наприклад, води і олії) застосовують ділильні лійки (Мал.10). Вони мають або циліндрову, або грушоподібну форму і в більшості випадків забезпечені притертим скляним корком. У верхній частині відвідної трубки знаходиться скляний притертий кран. Ємкість ділильних лійок різна (від 50 мл і до декількох літрів), залежно від ємкості змінюється і товщина стінок. Чим менша ємкість лійки, тим тонше її стінка, і навпаки.



Мал.10. Ділильні лійки.

Краплинні лійки (мал.11) відрізняються від ділильних тим, що вони більш легкі, тонкостінні і в більшості випадків з довшим кінцем. Ці лійки застосовують при багатьох роботах, коли речовину додають в реакційну масу невеликими порціями або по краплях. Тому вони, зазвичай, складають

частину приладу. Лійки закріплюють в горлі колби на шліфі або за допомогою пробкового або гумового корка.



Мал.11. Краплинні лійки.

Хімічні стакани це тонкостінні циліндри різної ємкості. Вони бувають двох видів: з носиками і без носиків (мал.12). Так само як і інший скляний хімічний посуд, стакани роблять і з тугоплавкого, і з хімічно стійкого скла.



Мал. 12. Хімічні стакани

Нагрівати стакани із звичайного скла на відкритому полум'ї не можна — від цього вони лопаються. Нагрівання слід проводити тільки через азбестову сітку або на водяній бані.

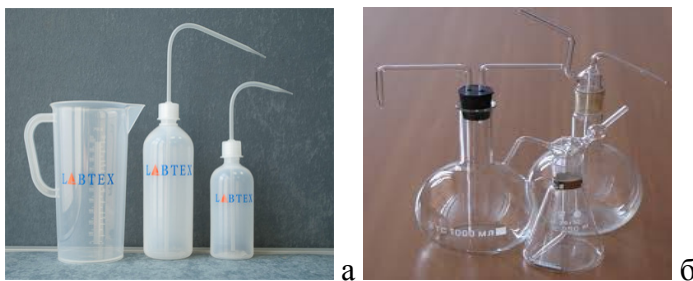
Окрім хімічних стаканів, в лабораторіях іноді застосовують товстостінні, так звані батарейні стакани. Вони бувають також різної величини і ємкості, і призначені для роботи без нагрівання.

Плоскодонні колби (мал.13) бувають найрізноманітнішої ємкості, починаючи від 50 мл і до декількох літрів, з шліфом і без шліфа на горлі. Їх виготовляють із звичайного, а також з кварцевого і спеціальних сортів скла.



Мал. 13. Плоскодонні колби

Промивалки. Для промивання осадів дистильованою водою або яким-небудь розчином, для змивання осадів з фільтрів і стінок посудин застосовують так звані промивалки (мал.14.а). Вони слугують і для зберігання невеликих кількостей дистильованої води. Під промивалку можна пристосувати колбу ємністю від 0,5 до 2 л. Для цього до колби підбирають гумовий корок, в якому просвердлюють два отвори. У один з них вставляють трубку, зігнуту під гострим кутом. При цьому один кінець трубки повинен доходити майже до дна колби, а інший кінець має бути відтягнутий (мал. 14.б). У інший отвір вставляють трубку, зігнуту під тупим кутом. Кінець цієї трубки, що знаходиться усередині колби, повинен виступати з корка не більш ніж на 3—5 см.



Мал.14. Промивалки.

У колбу наливають до горла дистильовану воду або який-небудь розчин і щільно закривають корком. При роботі на кінець короткої трубки, зігнутої під тупим кутом, одягають гумову грушу, вдуваючи в колбу повітря, отримують з іншої трубки струмінь води, яку направляють, наприклад, на стінку лійки, щоб змити осад в нижню частину фільтру. Гумова груша дозволяє добре регулювати як силу струменю (при змиванні осадів із стінок посуду), так і кількість вилитої рідини.

Рідина, що знаходиться в промивалці, може бути забруднена пилом і т.п. через відкритий кінець трубки. Щоб попередити можливість такого

забруднення, в корок можна вставити насадку К`ельдаля і через неї вдувати повітря в промивалку. Застосування такої насадки особливо бажано в тих випадках, коли доводиться працювати з гарячими розчинами або з гарячою водою, або з розчинами неприємно пахнучих речовин (H_2S , NH_3 і ін.).

Витрата рідини на промивання осадів має бути мінімальною, її регулюють, змінюючи діаметр отвору трубки, через яку виливається вода.

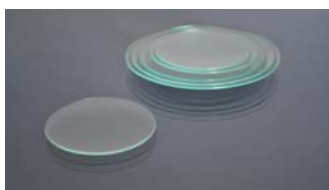
Зливна трубка промивалки має бути заповнена водою повністю, щоб в ній не було бульбашок повітря. Якщо вони є, рідина при виливанні її з промивалки може розбризкуватися. Для видалення бульбашок обережно вдують повітря в промивалку, щоб бульбашки поволі виходили.

Конічні колби (Ерленмейєра) знаходять широке застосування при аналітичних роботах (титрування) Вони бувають різної ємкості, з носиками і без носиків, вузкогорлі і широкогорлі (мал.15). Конічні колби, забезпечені притертим корком, називають «колбами для визначення йодного числа». Їх застосовують також при титруваннях по методу йодометрії. Нагрівати колби слід тільки через асбестовану сітку або на якій-небудь бані.



Мал.15. Конічні колби.

Нерідко горло конічної колби необхідно закрити. Для цього можна користуватися годинниковим склом відповідного розміру, але значно зручніше застосовувати скляну кришку (мал.16). Колбу, закриту такою кришкою, можна обертати для перемішування вмісту її і сильно нахилити.

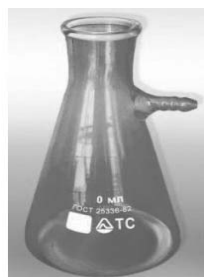


Мал. 16. Годинникове скло.

Колби для відсмоктування (Бунзена) вживають в тих випадках, коли фільтрування ведуть із застосуванням вакууму. Колба (мал.17) має тубус, що знаходиться у верхній її частині; тубус сполучають гумовою трубкою із запобіжною склянкою, а потім з вакуумом. У горло колби вставляють фарфорову лійку Бюхнера (мал. 18), закріплену в гумовому корку. Колби для відсмоктування бувають різної ємкості і форми. Найчастіше в лабораторіях використовуються колби конічної форми як найбільш стійкі і зручні.



Колба Бунзена, 1-500, из стекла с тубусом



Мал.17. Колба для

фільтрування під вакуумом (Бунзена).



Мал. 18. Лійка Бюхнера

Реторти (Мал. 19) бувають двох видів: без тубуса і з тубусом. Останній — з притертим корком або без нього.



Мал. 19. Реторта Фауста

Ємкість реторт складає до 2—3 л. Реторти ємкістю більше 2—3 л зустрічаються дуже рідко; їх виготовляють тільки по спеціальному замовленню.

При роботі з ретортами, що мають тубус з притертим корком, потрібно пам'ятати, що негайно після припинення нагрівання корок слід вийняти.

Кристалізатори — тонкостінні скляні посудини різних діаметрів і ємкості (мал.20). Їх застосовують при перекристалізації речовин, а іноді в них проводять випаровування. Нагрівати кристалізатори можна тільки на водяній бані.



Мал. 20. Кристалізатор.

Холодильники — прилади, вживані для охолодження і конденсації пари.

Залежно від умов роботи рідина, що утворюється в холодильнику при охолодженні пари (конденсат), повинна або відводитися в приймач, або повертатися в той посуд, в якому проводять нагрівання. Ця відмінність в призначенні холодильників визначає їх форму і назву (мал.21). Холодильники, призначені для збирання конденсату, називають прямими або низхідними. Холодильники, з яких конденсат повертається в процес, — називаються зворотними.



Мал. 21. Холодильники

Сифони (мал.2) — пристосування для переливання рідин. При роботі з сифоном один кінець опускають в переливану рідину, інший кінець закривають пальцем або ж в тих випадках, коли доводиться переливати їдкі

рідини, на нього надягають гумову трубку із затискачем, а через кінець 1 всмоктують рідину за допомогою гумової груші або водоструминного насосу. Коли рідина досягне рівня верхнього коліна трубки 1, трубку 3 відкривають, а трубку 1 закривають, для цього на неї надягають гумову трубку із затискачем Мору. Після того, як рідина почала перетікати, трубку 2 опускають в рідину до відповідного рівня.

Після роботи сифон слід промити; на стіні для нього має бути влаштована окрема, краще дерев'яна, вішалка.

Рідини можна сифонувати, застосовуючи підвищений тиск, тобто нагнітаючи повітря або інертний газ в посуд з рідиною, що сифонується.

Розчини багатьох речовин можна використовувати за призначенням тільки після відстоювання протягом певного часу. Після закінчення відстоювання на дні бутля зазвичай збирається осад. Рідину над ним потрібно злити так, щоб не захопити осад. При користуванні звичайними сифонами це вдається не завжди. На мал. 3 приведений диспенсер, зручний саме для зливання рідини над осадам.

Посуд спеціального призначення

Круглодонні колби (мал.22) виготовляють із звичайного і із спеціального (наприклад, ієнського) скла. Все, що сказано про поводження з плоскодонними колбами, відноситься і до круглодонних; їх застосовують при багатьох роботах. Деякі круглодонні колби мають коротке, але широке горло.

Для нагрівання круглодонних колб на голому полум'ї застосовують азбестові сітки з напівкулястим поглибленням.

Круглодонні колби, так само як і плоскодонні, бувають найрізноманітнішої ємкості; з шліфом на горлі і без нього.

Круглодонні колби зручно ставити в підставки з дерева або пробки, що мають поглиблення (мал.23). Застосовують також підставки у вигляді кілець різного діаметру, виготовлених з різних матеріалів, наприклад з гуми, гумових трубок і ін.



Мал.22. Круглодонні колби



Мал. 23. Підставки для круглодонних колб.

Колби К`ельдаля мають грушоподібну форму, подовжене горло (мал.24), їх застосовують для визначення азоту по К`ельдалю; ємкість їх звичайна від 300 до 800 мл. Такі колби виготовляють з тугоплавкого і термостійкого скла типу пирекс.



Колба Кельдаля 1-250-1026



Мал. 24. Колба К`ельдаля

Колби для дистиляції. Для перегонки рідин застосовують спеціальні колби, наприклад колби В`юрця, Кляйзена, Арбузова та інші.

Найбільш поширені колби В`юрця (мал.25) ємкістю від 50 мл до 1—2 л; вони є круглодонними колбами з довгим горлом, від якого відходить під кутом довга вузька відвідна трубка.



Мал.25. Колба В`юрця.

Колба Клайзена (мал.26) відрізняється від колби В`юрця тим, що її горло має дві шийки, причому одна забезпечена відвідною трубкою колінчастої форми. Іноді шийки бувають з одним або декількома кулястими розширеннями. Колби Клайзена застосовують для перегонки рідин під зменшеним тиском.

Верхня частина обох шийок колби Клайзена дещо відтягнута, і помістити в неї термометр на пробці, як в колбу В`юрця, не можна. Термометр в шийці колби Клайзена закріплюють за допомогою еластичної гумової трубки завдовжки близько 3 см. Трубку надягають на ту шийку колби, у якої є відвідна трубка, причому гумова трубка повинна виступати над шийкою на 1—1,5 см, і вставляють термометр діаметром трохи менше діаметру шийки колби. Положення резервуару термометра має бути таким же, як і в колбі В`юрця:



Мал. 26. Колба Клайзена.

У іншу шийку абсолютно аналогічно вставляють скляну трубку, кінець якої, що знаходиться усередині колби, витягнутий в капіляр. Капіляр повинен знаходитися на відстані 2—3 мм від дна колби. На зовнішню частину цієї трубки надягають гумову трубку, забезпечену гвинтовим затискачем. У гумову трубку рекомендується вставити відрізок тонкого дроту, щоб в місці здавлення трубки затиском гума не злипалася. Таке пристосування дає можливість створювати канал з дуже малою перетинкою для регулювання надходження повітря в колбу.

Іноді застосовують різновид колби В`юрця – колбу Енглера (мал. 27).



Мал. 27. Колба Енглера

Коли колба підготовлена, її укріплюють в лапці на штативі, поміщають на баню або на азбестову сітку і потім приєднують до неї холодильник. Перед початком роботи корок з термометром виймають, в горло вставляють лійку з кінцем такої довжини, щоб він був нижчий за рівень відвідної трубки, і в колбу наливають рідину, яку потрібно перегнати. Коли рідина заповнить кулю колби максимум на $3/4$, останню закривають пробкою з термометром, перевіряють ще раз весь прилад і приступають до перегонки.

Колба Арбузова (мал.28) — це вдосконалена колба Клайзена. Такі колби відзначається великою дефлегмаційною здатністю. При роботі з колбою Арбузова унеможливується попадання рідини з колби в приймач, оскільки обидва горла колби сполучено між собою і у разі раптового скипання рідина потрапляє в розширену частину і стікає назад в колбу. Колби Арбузова зазвичай бувають ємністю від 20 до 1000 мл.



Мал.28. Колба Арбузова.

Алонжі — скляні зігнуті трубки (мал.29). Алонжі застосовують при перегонці для з'єднання холодильника з приймачем і при інших роботах.



Мал.29. Алонжі.

До широкого кінця алонжа спочатку підбирають корок, в якому просвердлюють отвір для форштоса холодильника. Форштос холодильника повинен входити в алонж на 3—4. Вузький кінець алонжа опускають в приймач

Ексикатори — прилади, вживані для повільного висушування і для збереження речовин, що легко поглинають вологу з повітря. Ексикатори закривають скляними кришками, краї яких притерті до верхньої частини циліндра. Розрізняють два основні типи ексикаторів: звичайні (мал.30) і вакуум-ексикатори (мал.31). Останні мають отвір, в який на гумовому корку вставляють трубку з краном. Або ж в кришці є тубус з притертим корком, до якого припаяна скляна трубка з краном; це дає можливість сполучати ексикатор з вакуумом, створюючи усередині ексикатора зменшений тиск, вести висушування під вакуумом (мал.37).



Мал. 30. Ексикатор.



Мал. 31. Вакуум-ексикатор (кап-ексикатор).

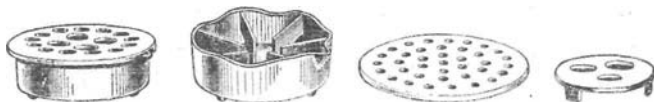
Деякі вакуум-ексикатори мають пристосування для обігріву за допомогою електрики. У такому ексикаторі можливо вести висушування у вакуумі при підігріві.

Впускати повітря у вакуум-ексикатор потрібно дуже обережно, оскільки струмінь повітря, що вривається, може розкидати висушувану речовину. Тому впускний кран потрібно повертати дуже поволі і піднімати кришку тільки через декілька хвилин після того, як впускний кран буде прочинений.

Всередину ексикатора, на дно циліндра, над конусоподібною частиною, зазвичай кладуть фарфорову вкладку (мал.32). Замість вкладок можна користуватися звичайним склом (окрім тих випадків, коли в ексикатор ставлять гарячі тиглі). Класти скло потрібно на корок, щоб не ізолювати циліндрову частину ексикатора від конусоподібної.

При роботі з ексикатором необхідно стежити, щоб притерті частини завжди були злегка змащені вазеліном або іншим мастилом.

Ексикатори дуже часто доводиться переносити з місця на місце, і при цьому нерідкі випадки, коли кришка зісковзує і розбивається. Тому при перенесенні ексикатора обов'язково потрібно притримувати кришку.



Мал. 32. Фарфорові вкладки для ексикаторів.

Якщо в ексикатор ставлять гарячі тиглі, то внаслідок нагрівання повітря кришка іноді підводиться, при цьому вона може зісковзнути і розбитися. Тому, помістивши гарячий тигель в ексикатор і накривши його кришкою, її якийсь час притирають, тобто рухають вправо і вліво. При охолодженні тигля усередині ексикатора створюється невеликий вакуум і кришка тримається дуже щільно. Щоб відкрити ексикатор, потрібно не піднімати кришку, а спочатку зрушити її убік, після чого вона легко знімається.

З інших форм ексикаторів слід зупинитися на кап-ексикаторі. Особливістю його є те, що в нім можна висушувати як при нормальному тиску, так і під вакуумом. У кришці кап-ексикатора є пристрій у формі ковпакоподібного замка.

На горлі колб, пробірок та склянок іноді передбачені **шліфи** (мал. 33). Вони дозволяють ущільнити проміжком поміж корком та скляним горлом посуду. Для надійного з'єднання шліфів іноді застосовують різні способи ущільнення. Іноді шліфи стягуються двома спіральними пружинами з тонкого дроту, який надягають своїми кінцями на гачки, що є на зовнішній стороні шліфів один проти іншого. Шліфи сполучають також за допомогою затиску з сильною пружиною або муфтами.



Мал. 33. Шліфи.

Вимірювальний посуд

Вимірювальним називають посуд, вживаний для вимірювання об'єму рідини.

Мірні циліндри — скляні товстостінні посудини з нанесеними на зовнішній стінці поділками, вказуючими об'єм в мілілітрах (мал.34.). Вони бувають найрізноманітнішої ємкості: від 5—10 мл до 1 л і більше. Щоб відміряти потрібний об'єм рідини, її наливають в мірний циліндр до тих пір, поки нижній меніск не досягне рівня потрібної поділки.

Іноді зустрічаються циліндри, забезпечені притертими корками. Зазвичай їх застосовують тільки при спеціальних роботах.



Мал. 34. Мірні циліндри.

Окрім циліндрів, для тієї ж мети вживають мензурки (мал.35).



Мал. 35. Мензурки

Це посуд конічної форми, на стінці якого є поділки. Вони дуже зручні для відстоювання каламутних рідин, коли осад збирається в нижній, звуженій частині мензурки.

Піпетки використовують для точного відмірювання певного об'єму рідини. Розрізняють піпетки для рідин і газові піпетки.

Піпетки для рідин (мал.36). Звичайні піпетки (піпетки Мору) - це скляні або пластикові трубки невеликого діаметру з розширенням посередині. Нижній кінець піпетки злегка відтягнутий і має діаметр близько 1 мм.



Мал. 36. Склані піпетки Мора



Мал. 37. Піпетки Салі



Мал. 38. Пластикові (одноразові) піпетки

У системі СІ об'єм виражають в кубічних метрах або його кратних долях (см^3 , дм^3). Проте мірний посуд і прилади для вимірювання об'єму, вживані до теперішнього часу в лабораторіях, градуйовані в позасистемних одиницях — мілілітрах (мл) або літрах (л), тому в даному разі виявилось доцільнішим виражати об'єм в цих одиницях.

Піпетки бувають ємкістю від 1 до 100 мл, у верхній частині їх є мітка, до якої набирають рідини. Широко застосовують також градуйовані піпетки різної ємкості, на зовнішній стінці яких нанесені поділки в 0,1 мл.

Для наповнення піпетки нижній кінець її опускають в рідину і втягують останню за допомогою груші, але краще при цьому користуватися спеціальними пристосуваннями.

Проводячи засмоктування, потрібно стежити, щоб кінчик піпетки весь час знаходився в рідині. Рідину набирають так, щоб вона піднялася на 2— 3 см вище риски, потім швидко закривають верхній отвір вказівним пальцем правої руки, притримуючи в той же час піпетку великим і середнім пальцями. Дуже корисно вказівний палець злегка зволожити, оскільки вологий палець щільніше закриває піпетку.

Коли піпетка наповнена, послаблюють натиск вказівного пальця, внаслідок чого рідина поволі витікатиме з піпетки; як тільки нижній меніск рідини опиниться на одному рівні з міткою, палець знову притискують. Якщо на кінці піпетки після цього висітиме крапля, її слід обережно видалити. Ввівши піпетку в посуд, віднімають вказівний палець і дають рідині стекти по стінці посудини. Після того, як рідина витече, піпетку тримають ще 5 сек (рахуючи до 5) притуленою до стінки судини, злегка повертаючи навколо осі, після чого видаляють піпетку, не звертаючи уваги на рідину, що залишилася в ній.

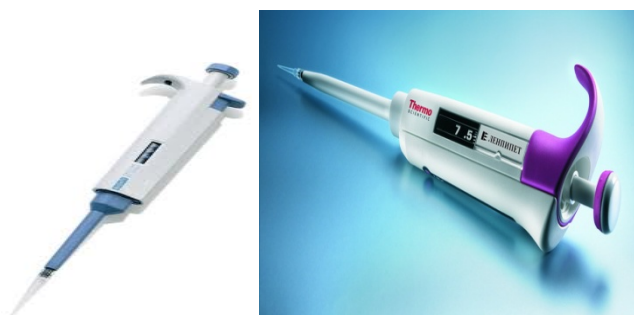
При виливанні розчину з піпетки в конічну колбу дуже важливо, щоб розчин стікав саме по стінці конічної колби і не розбризкувався, оскільки при цьому частина виливаного розчину може потрапити на стінку колби і при

подальшому титруванні не вступить в реакцію з розчином, що виливається з бюретки.

Слід пам'ятати, що об'єм рідини, витікаючої з піпетки, залежить від способу витікання і останній має бути таким же, як і вживаний при калібруванні піпеток.

Тому ніколи не слід прагнути виганяти залишки рідини з піпетки видуванням або нагріванням рукою розширеної частини піпетки.

Для відбору розчинів отруйних речовин слід користуватися або звичайними піпетками з грушею, або піпетками, у верхній частині яких вище за мітку є одне або два кулясті розширення; розчин такою піпеткою відбирають також за допомогою груші або іншого пристосування.



Мал. 39. Автоматична піпетка (дозатор).

Для відмірювання малих об'ємів рідин застосовують мікропіпетки ємністю 1, 2, 3 і 5 мм. Мікро-піпетки бувають скляними або автоматичними. Автоматичні піпетки (дозатори) часто градуують, вони мають поділки в 0,01 мл, що дозволяє робити відлік з точністю 0,002—0,005 мл (мал.39).

Автоматичною піпеткою можна відбирати не тільки один певний об'єм рідини (як звичайними піпетками), але будь-який в межах її ємності. Рідину набирають змінним наконечником і потім виливають її в пробірку.

Піпетки мають бути завжди чисто вимитими; їх слід ставити в особливий штатив (мал.40) і закривати зверху маленькими пробірками або

шматком чистого фільтрувального паперу. Якщо штатива в лабораторії немає, піпетки можна зберігати в скляному циліндрі, на дно якого заздалегідь кладуть декілька шарів чистого фільтрувального паперу, вирізаного кульками. Після роботи піпетку обполіскують водою, що кілька разів дистилює, і поміщають в скляний циліндр, кожного разу замінюючи верхній шар фільтрувального паперу свіжим.



Мал. 40. Штативи для піпеток.

Звичайними піпетками не можна відміряти рідини, в'язкість яких помітно відрізняється від в'язкості води, наприклад концентровані кислоти, луги і т. п., оскільки об'єм відібраної рідини не відповідатиме вказаному. Для відбору таких рідин користуються спеціально прокаліброваними піпетками.

При поводженні зі всіма видами піпеток потрібно обов'язково дотримуватися наступних правил:

1. Піпетка при відборі рідини завжди повинна знаходитися в строго вертикальному положенні.

2. При установці нижнього меніска на рівні очей спостерігача має бути розташований в одній площині з міткою (влучні на передній і задній стінках повинні при цьому зливатися в одну).

Мірні колби - необхідний посуд для більшості аналітичних робіт (мал.41, 43); вони є плоскодонними колбами різної ємкості; в більшості випадків мірні колби мають пришліфовані скляні корки.

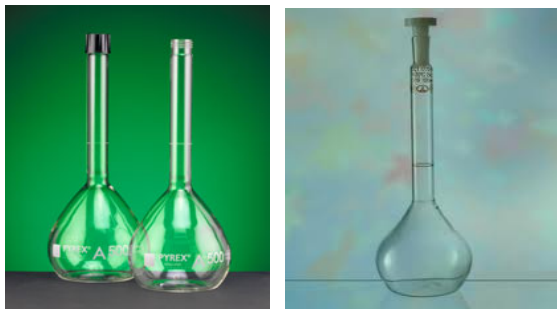


Мал. 41. Широкогорла мірна колба

Проте часто застосовують мірні колби без пришліфованих скляних корків. У таких випадках для закривання мірних колб використовують гумові корки відповідного розміру. Ці корки можна застосовувати майже у всіх випадках приготування точних розчинів. Проте слід пам'ятати, що ними не можна користуватися, коли точний розчин, що готується, може спричинити хімічну дію на гуму (розчин йоду і ін.). У таких випадках гумовий корок замінюють на скляний (мал.42).



Мал. 42. Скляний корок.



Мал. 43. Вузкогорлі мірні колби.

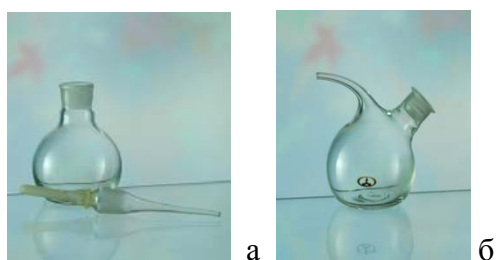
Розрізняють вузкогорлі і широкогорлі мірні колби. Діаметр горла останніх приблизно у півтора рази більше в порівнянні з вузкогорлими. На горлі колби є кільцева мітка, а на самій колбі витравлено число, яке вказує її ємкість в мілілітрах при певній температурі. Приведена ємкість означає, що при даній температурі об'єм води, наливої в колбу до мітки, точно відповідає вказаному. Об'єм вилитої з колби води буде декілька менше поміченого,

оскільки частина її залишиться на стінках. Тому звичайні мірні колби не придатні для відмірювання точного об'єму води з подальшим виливанням її.

Мірні колби, призначені для виливання, мають дві мітки. Верхня мітка призначена «для виливання», тобто якщо наповнити колбу до цієї мітки і вилити вміст, вилита рідина матиме об'єм, вказаний на колбі.

Мірні колби завжди мають бути чисто вимиті. Коли мине потреба в розчині, який знаходиться в мірній колбі, останній має бути негайно вилитий, а колба вимита. При зберіганні порожньої колби, щоб уникнути «заїдання» скляної пробки останню, обернувши фільтрувальним або чистим папером, вставляють в горло колби. При роботі папір, звичайно, знімають.

Для додавання останніх крапель в мірну колбу застосовують крапельницю Страшейна або Шустера (мал.44).



Мал. 44. Крапельниці. а. Крапельниця Страшейна, б. Крапельниця Шустера

Фарфоровий посуд

Асортимент фарфорового посуду, вживаного в звичайних лабораторіях, не такий великий, як скляного (мал.45). Фарфоровий посуд має ряд переваг перед скляним: він міцніший, не боїться сильного нагрівання, в нього можна наливати гарячі рідини, не побоюючись за збереження посуду, і тому подібне. Недоліком виробів з фарфору є те, що вони важкі, непрозорі і значно дорожчі за скляні.



Мал. 45. Фарфоровий лабораторний посуд.

Розглянемо найбільш часто вживаний в лабораторіях фарфоровий посуд.

Стакани — тих же видів і ємкостей, що і скляні (мал. 46).



Мал. 46. Набір фарфорових стаканів.

Випарювальні чашки (мал.47) широко застосовуються в лабораторіях. Вони бувають найрізноманітніших ємкостей, з діаметром від 3—4 до 50 см і більше.



Мал. 47. Набір фарфорових випарювальних чашок.

Фарфорові випарювальні чашки з носиком випускаються наступних розмірів:

Номер. ..1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.

Ємкість, мл 28,8; 65,0; 140,0; 311,0; 471,0; 1010,0; 2106,0; 4600,0. Висота в мм:56, 72,93, 120, 156, 202, 260, 366.

Усередині вони обов'язково покриті глазур'ю, зовні глазур доходить до 1/3 висоти від краю. Чашки служать для випаровування різного роду розчинів; хоча фарфорові чашки можна нагрівати на голому полум'ї, проте

при випаровуванні слід застосовувати азбестові сітки або водяні бані, оскільки нагрівання в цьому випадку більш рівномірне.

Ступки застосовують для роздрібнення твердих речовин (мал. 48).



Мал. 48. Фарфорова ступка з товкачем.



Мал. 49. Тигель

Тиглі (мал.49) — фарфорові посудини з фарфоровими кришками.

Фарфорові тиглі можна нагрівати до температури не вище 1200°C . Таку температуру можливо отримати, якщо прожарення вести в муфельній печі. У тиглях прожарюють різного роду речовини, спалюють органічні сполуки при визначенні зольності і так далі. В більшості випадків нагрівання тиглів проводять прямо на пальнику без застосування азбестових сіток або бань. Замість цього застосовують фарфорові трикутники (мал. 50).

У фарфоровому тиглі не можна проводити сплав з лужною речовиною, наприклад з вуглекислим натрієм, а також працювати з фтористоводневою кислотою, оскільки фарфор при цьому руйнується.

Слід пам'ятати, що нові, ще жодного разу не використані тиглі корисно заздалегідь промити і прожарити. Це необхідно тому, що при використанні нових фарфорових тиглів, наприклад для озолення природних органічних

речовин з метою кількісного визначення в їх золі кальцію, завжди виходять підвищені результати



Мал. 50. Фарфоровий трикутник для тиглів.

Ложки-шпателі (мал. 51) застосовують в хімічних лабораторіях для відбору речовини, для зняття осадів з фільтрів і тому подібне

Човники для прожарення. Фарфорові човники для прожарення речовин при аналізі (мал. 52) бувають різних розмірів. Їх не покривають глазур'ю. На одному борту човника є кільце, за яке можна зачепити гачком при витягуванні човника з печі.



Мал.51. Фарфорова ложка



Мал.52. Фарфорові човники для прожарення.

Кварцевий посуд.

Залежно від початкових матеріалів і ступеня їх чистоти кварцеві вироби бувають: 1) непрозорі, з жорсткою, шовковистою або гладкою поверхнею; 2) прозорі, подібні скляним.

Часто з непрозорого кварцу, як дешевшого матеріалу, роблять великі посудини, в які упаюють трубки або вікна з прозорого кварцу.

Особливістю кварцевого посуду є його термостійкість і хімічна інертність до більшості хімічних речовин.

Кварцевий посуд можна без ризику нагрівати на голому полум'ї пальника і відразу ж охолоджувати, наприклад опустивши нагріту посудину в холодну воду. При цьому посуд не лопається.

Кварцеві вироби можна нагрівати до температури 1200° С навіть під вакуумом, і вони при цьому не деформуються, оскільки кварц плавиться в межах 1600— 1700° С.

Кварцевий посуд не можна вживати при роботі з фтористоводневою (плавиковою) кислотою і лугами, оскільки кремнезем з ними взаємодіє. При сплаві кварцу з лугами утворюється відповідний силікат (розчинне скло), розчинний у воді.

З кварцу виготовляють: колби всіх видів, пробірки, стакани, випарювальні чашки, тиглі і ін.

Дуже цінні термометри, виготовлені з кварцевого скла, оскільки у них не спостерігається термічної післядії і вони надійніші в роботі.

При роботі з кварцевим посудом треба пам'ятати наступне:

1- Кварцевий посуд так само крихкий, як і скляний, але набагато дорожче останнього. Тому поводитися з ним слід вельми обережно.

2. Кварцевий посуд не можна вживати при роботі з фтористоводневою (плавиковою) кислотою, їдкими лугами і вуглекислими солями лужних металів.

5. МАТЕРІАЛИ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Чому при хімічних аналізах чистота має першорядне значення?
2. Які дослідження необхідно проводити у витяжній шафі?
3. Чому при розведенні концентрованої сірчаної кислоти не можна вливати воду в кислоту?
4. Яким хімічним посудом необхідно користуватися при розведенні концентрованої сірчаної кислоти, при змішуванні речовин, які супроводжуються виділенням тепла?
5. Який посуд використовується в лабораторіях для хімічного аналізу?
6. У яких випадках використовують фарфорові чашки і тиглі?
7. Для яких операцій використовують ділильні лійки.
8. Коли необхідно використовувати бюретки? Що вони є? Як ними користуватися?

9. Який Ви знаєте мірний посуд?

ЗАНЯТТЯ № 3

1. ТЕМА. Металеве обладнання та інструментарій.

2. АКТУАЛЬНІСТЬ ТЕМИ: В лабораторній практиці часто приходиться використовувати деякі найпростіші металеві інструменти. Одноразовий лабораторний інструментарій після застосування піддається обеззараженню з наступною утилізацією у визначений спосіб. Повторне використання одноразових інструментів категорично заборонено.

3. МЕТА ЗАНЯТТЯ: Ознайомитися з видами металевого обладнання. Вивчити лабораторний інструментарій. Навчитися користуватися різними видами лабораторного інструментарію. Вивчити правила користування металевим обладнанням.

4. ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ ПІД ЧАС ПІДГОТОВКИ ТА ПРОВЕДЕННЯ ЗАНЯТТЯ.

4.1. ТЕОРЕТИЧНІ ПИТАННЯ ДО ЗАНЯТТЯ

1. Металеве обладнання:

- 1) штативи, затискачі різної конструкції,
- 2) тигельні щипці,
- 3) пінцети,
- 4) затискачі для пробірок.

2. Лабораторні інструменти та інше додаткове приладдя:

- 1) ножиці,
- 2) ножі,
- 3) молоток,
- 4) плоскогубці,
- 5) викрутки,
- 6) дрiт,
- 7) щiтки,

- 8) металевий обтискач для пробок
- 9) набір свердел для пробок та ін.

Інформаційний матеріал **МЕТАЛЕВЕ УСТАТКУВАННЯ**

У лабораторіях широко застосовують різноманітне металеве устаткування, переважно сталеве.



Мал. 53. Залізний штатив з набором лапок; кілець; муфт для лапок і кілець.

Штатив - це сталевий стрижень, укріплений на важкій сталевій підставці, що найчастіше має форму чотирикутника (мал. 53). Зазвичай стрижень укріплюють майже біля самого краю меншої сторони підставки.

Бувають також штативи, у яких сталевий стрижень укріплений не з краю, а посередині підставки. В цьому випадку підставка має подовжену форму.

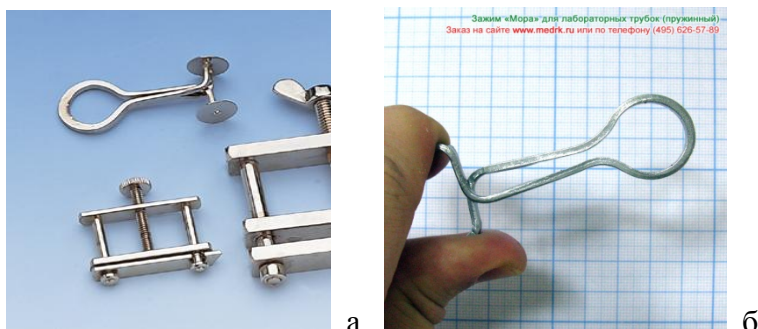
Штативи служать для закріплення на них всякого роду приладів. Зазвичай штативи продаються з набором утримувачів (лапок), кілець і муфт різної величини (мал.59). Іноді утримувачі для бюреток бувають відлиті разом з муфтою; лапки і муфти продаються також окремо. Лапки бувають найрізноманітніших форм і величин; вони служать для закріплення бюреток, холодильників, ділільних лійок, колб і т.п.

Внутрішня частина губ лапок зазвичай покрита пробкою, щоб при затисканні не роздавити скла; якщо ж пробковий прошарок відсутній, на губи лапки необхідно натягнути шматки гумової трубки.

Кільця служать для поміщення на потрібній висоті колб, стаканів і інших приладів.

Затискачі. Є дуже велика кількість конструкцій затискачів, вживаних в лабораторній практиці. Принципово вони можуть бути двох типів: гвинтові або пружинні.

У лабораторіях найчастіше застосовують гвинтові затискачі Гофмана і пружинні Мору (рис.54). Затискачі Гофмана добре застосовувати в тих випадках, коли потрібна значна герметичність і немає потреби часто їх відкривати. Коли ж затискачем доводиться користуватися часто (наприклад, на бюретках, на бутлях з дистильованою водою) зручніше користуватися затискачем Мору.



Мал.54. Затискачі а — Гофмана; б — Мору.

Пінцети (мал.55) служать для узяття невеликих предметів. Наприклад, пінцетами слід користуватися при роботі з металевим натрієм, при роботі з важком, щоб не стосуватися його руками, і в багатьох інших випадках.



Мал. 55. Пінцет

Тиглі металеві (мал.56) бувають мідні, чавунні, сталеві, з чистого нікелю, з чистого срібла, платинові і із сплавів платини, з чистого золота. Всі вони застосовуються при різного роду хімічних аналізах, дослідницьких роботах і ін. Металеві тиглі потребують ретельного догляду.



Мал. 56. Набор металевого посуду

Їх слід чистити після кожного використання. Особливо обережного поводження вимагають платинові тиглі. Вони бувають різного розміру і завжди мають в комплекті платинову ж кришку. У платинових тиглях не можна сплавляти їдкі луги, перекис натрію, окисли і гідроокиси барію і літію, азотно- і азотистоокислі солі і солі синильної кислоти. Не можна прожарювати речовини, що містять оксиди заліза, солі важких металів, таких, як сірчаноокислий свинець, перекис свинцю, окисел олова, вісмуту, сурми і ін.

Ступки металеві, такі, що зустрічаються в деяких лабораторіях, в більшості випадків бувають мідними або латунними (мал. 57). Чавунні зустрічаються рідше, оскільки вони менш міцні.

У металевих ступках можна подрібнювати тільки ті речовини, які не діють на метал ступки. У останньому, поводження з ними таке ж, як з фарфоровими, з тією, проте, різницею, що в металевій ступці можна сміливо розбивати шматки навіть сильними ударами товкача. Оскільки при цьому не унеможливлено викиду шматочків речовини, то на початку роботи ступку закривають тканиною.



Мал.57. Ступка металева

За лабораторними металевими предметами слід постійно стежити і оберігати їх від вологи і окислювання. Тому, наприклад, штативи, муфти, лапки слід іноді, хоч би раз на рік, покривати спеціальним негорючим чорним лаком. Такі предмети як триноги, затиски, щипці для тиглів, пінцети, металеві тиглі, які не можна лакувати, слід очищати від іржі.

Чистити можна наждачним папером різних номерів (залежно від призначення предмету) або миючим засобом з додаванням абразиву.

ЛАБОРАТОРНИЙ ІНСТРУМЕНТАРІЙ

У лабораторній практиці часто доводиться користуватися деякими простими інструментами:

Напильники. Бажано мати набір напильників. Трьохгранні напильники потрібні для розрізання стежляних трубок та палок (дротів), для зачистки корків та інших робіт. Круглі напильники застосовують для розсвердлення отворів у корках.

Викрутки. Краще мати набір або дві викрутки рузного розміру.

Гайкові ключі — французський або шведський, або розсувний російський.

Кордова щітка (сталева) — для чистки металевих предметів (штативів і т. інш.).

Дріт. Потрібно мати невеликий запас звонкового, залізного, мідного чи алюмінієвого дроту, жилки від електричного шнура або трохи самого шнура.

Ножиці.



Мал. 58. Ножиці

Ножі — бажано мати мінімум два ножі: один малий, перочинний, і один великий.

Скальпель



Мал. 59. Скальпель

Утримувач для фарфорових чашок і стаканів



Мал.60. Утримувач для фарфорових чашок і стаканів



Мал. 61. Утримувач для пробірок



Мал. 62. Тринога

ЗАНЯТТЯ № 4

1.ТЕМА.Догляд за лабораторним посудом

2.АКТУАЛЬНІСТЬ ТЕМИ: При роботі з скляним посудом необхідно пам'ятати, що скло дуже крихке. Тому, при використанні скляних предметів та їх зберіганні потрібно робити все можливе, аби запобігти розбиття посуду та травм від розбитого скла. При проведенні аналізів велике

значення має чистота посуду. Погано помитий лабораторний посуд (з залишками речовин від попереднього аналізу або від застосованих миючих засобів) може внести суттєву похибку в дослід або зовсім зруйнувати його. Так, деякі поверхнево — активні речовини, в тому числі і мила, що використовують для миття посуду, вже в концентрації 1 мг/мл повністю пригнічують рост деяких видів бактерій. Тому весь посуд, що застосовують в аналізі повинен бути абсолютно (хімічно) чистим.

3.МЕТА ЗАНЯТТЯ: Ознайомитися з видами догляду за лабораторним посудом. Вивчити способи миття і сушки хімічного посуду. Навчитися сушінню посуду, підготовці його до стерилізації.

4.ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ ПІД ЧАС ПІДГОТОВКИ ТА ПРОВЕДЕННЯ ЗАНЯТТЯ.

4.1. ТЕОРЕТИЧНІ ПИТАННЯ ДО ЗАНЯТТЯ

- 1.Догляд за лабораторним посудом.
- 2.Способи миття, механічні та фізичні методи очищення посуду;
 - 1) миття посуду водою,
 - 2) парою,
 - 3) органічними розчинниками,
 - 4) мийними засобами.
- 3.Хімічні методи очищення посуду:
 - 1) миття сульфатною кислотою,
 - 2) розчинами основ,
 - 3) сумішшю хлоридної кислоти,
 - 4) гідрогену пероксиду,
 - 5) миття хромовою сумішшю.
- 4.Змішане миття посуду.
- 5.Сушіння посуду, підготовка його до стерилізації

Інформаційний матеріал

Миття і сушка хімічного посуду

Миття хімічного посуду

Хімічний посуд має бути абсолютно чистий. Без виконання цієї умови працювати не можна. Для вибору способу миття посуду у кожному окремому випадку необхідне наступне:

1. Знати властивості речовин, що забруднили посуд.
2. Використовувати розчинність забруднень у воді (холодною або гарячою), в розчинах лугів, різних солей або кислот.
3. Використовувати можливість окислювачів окисляти в певних умовах органічні і неорганічні забруднення, руйнувати їх з освітленням легко розчинних сполук.
4. Для миття можуть бути використані всі речовини, що мають поверхнево-активні властивості (мило, синтетичні миючі речовини, миючі глини і ін.).
5. Якщо осад, що забруднює посуд, хімічно стійкий, для видалення його можна застосовувати механічне очищення (за допомогою йоржів і ін.).
6. З реактивів для миття слід застосовувати тільки дешеві матеріали.
7. Потрібно завжди пам'ятати про техніку безпеки і можливість нещасних випадків при митті посуду, особливо якщо той, хто це робить, незнайомий з властивостями забруднень. Кожен новий працівник лабораторії має бути ознайомлений з правилами техніки безпеки.

У тих випадках, коли хімічний посуд не забруднений смолою, жировими і іншими речовинами, що не розчиняються у воді, посуд можна мити прост теплою водою. Скляний посуд вважається за чистий, якщо на стінках його не утворюється окремих крапель і вода залишає рівномірну якнайтоншу плівку.

Якщо на стінках посуду є наліт яких-небудь солей або осідань, посуд очищають (заздалегідь змочивши водою) щіткою або йоржем (мал. 63) і вже потім миють водою.

При роботі з йоржем потрібно стежити, щоб нижній кінець його не ударявся ні об дно, ні об стінки посуду, оскільки цим кінцем можна вибити дно або проломити стінку. Щоб запобігти можливості розбивання посуду металевим кінцем йоржа, на кінчик його потрібно надіти шматочок гумової

трубки відповідного розміру, або поролон. Добре вимитий в теплій воді посуд обов'язково два-три рази споліскують дистильованою водою для видалення солей, що містяться у водопровідній воді.



Мал. 63. Йоржі (щітки) для миття хімічного посуду.

Залишки непотрібних розчинів, що містять солі ртуті, срібла, золота, платини і інших цінних або рідкісних металів, а також йоду слід збирати в призначені для цього банки. Із зібраних розчинів і осадів потім регенерують відповідні речовини. Так слід поступати і з цінними органічними речовинами, наприклад алкалоїдами.

У раковину не можна виливати і викидати концентровані розчини кислот і лугів, хромову суміш, погано пахнучі і отруйні речовини, металевий натрій і тому подібне. Концентровані кислоти і луги необхідно заздалегідь сильно розбавити або, ще краще, нейтралізувати, щоб уникнути руйнування каналізаційної мережі.

Миття органічними розчинниками. Органічні розчинники застосовують для видалення з посуду смолянистих і інших органічних речовин, які не розчиняються у воді.

До органічних розчинників відносяться: діетиловий (сірчаний) ефір, ацетон, спирти, петролейний ефір, бензин, скипидар, чотирихлористий вуглець і інші розчинники.

Більшість органічних розчинників вогненебезпечна, працювати з ними слід далеко від вогню. Забруднені органічні розчинники потрібно збирати кожен

прагнуть змочити нею стінки посуду і особливо найбільш забруднені її краї, що залишилися не змоченими. Зливши всю рідину, посуд залишають постояти декілька хвилин, потім її миють спочатку водопровідною водою (краще теплою), а потім дистильованою.

Сильно забруднений посуд миють хромовою сумішшю кілька разів.

Найважче відмиваються забруднення на шийках колб. Щоб відмити їх, хромову суміш наливають в стакан, опускають в нього горло колби, злегка обігрітої (достатньо нагрівання рукою), після того, як колба охолонуть, рідина трохи піднімається в її середину. Через одну-дві хвилини колбу виймають, дають стекти хромовій суміші, а потім колбу миють водою, як описано вище.

Хромову суміш служить досить довго. Після тривалого вживання її колір з темно-оранжевого переходить в темно-зелений, що служить ознакою її подальшої непридатності для миття. У лабораторії завжди має бути запас хромової суміші.

Хромову суміш дуже сильно діє на шкіру і одяг, тому поводитися з нею слід обережно.

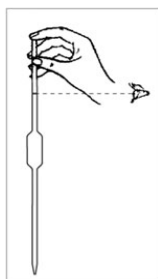
Недосвідчені працівники при митті піпеток і трубок часто набирають хромову суміш в них ротом. При цьому трапляється, що хромову суміш засмоктується в рот, викликаючи опіки порожнини рота і псування зубів. Хромову суміш слід набирати в піпетку за допомогою гумової груші без балона (мал. 64). До груші приєднують гумову трубку, кінець якої надягають на піпетку.



Мал. 64 Гумова груша

Стискаємо рукою грушу, щоб видалити з неї повітря, і закривши великим пальцем отвір для надходження повітря, піпетку опускаємо в

хромову суміш (мал. 65). Поступово розтискаємо руку (великий палець з отвору не знімати), усередині піпетки утворюється розрідження і хромову суміш піднімається в неї.



Мал. 65.

Набравши повну піпетку і протримавши в ній хромову суміш 1—2 хв, віднімають великий палець, від отвору груші і дають рідині стекти. Повторивши кілька разів цю операцію, піпетку миють, як завжди.

Піпетки, бюретки і подібні до них довгі трубки зручно також мити хромовою сумішшю в товстостінному циліндрі такої висоти, щоб трубки могли бути занурені в нього більш ніж на половину (мал.66). У циліндр поміщають ті, що підлягають миттю трубки і заливають його майже доверху хромовою сумішшю. Через деякий час трубки виймають і поміщають їх в циліндр зворотними кінцями.

Хромову суміш не застосовують, якщо посуд забруднений парафіном, гасом, воском, мінеральними оліями і взагалі продуктами перегонки нафти. У цих випадках посуд миють парою або органічними розчинниками.

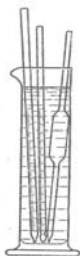
Потрібно уникати попадання в хромову суміш спиртів— етилового або метилового, що негайно окислюються і поновлюють Cr_2O_7^- іон до Cr^{3+} . В результаті цього розчин набуває зеленого забарвлення і робиться непридатним для подальшого застосування.

Якщо посуд забруднений солями барію, мити його хромовою сумішшю, що містить сірчану кислоту, не можна, оскільки сірчаноокислий барій, що утворюється, утворює на стінках посуду осад, який важко видаляється.

Потрібно відмітити, що хромову суміш корисно застосовувати злегка підігрітою (до 45—50°C), тоді вона діє сильніше.

Підігріти хромову суміш можна по-різному:

- 1) відливши деяку кількість хромової суміші в колбу, її підігривають на гарячій водяній бані;
- 2) обережно додають в хромову суміш трохи води і концентрованої сірчаної кислоти;
- 3) можна також відмиваний предмет задалегідь сполоснути гарячою водою.



Мал. 66. Миття піпеток, бюреток і трубок в товстостінному циліндрі

Якщо хромову суміш потрапляє на шкіру рук або одяг, їх слід перш за все обмити великою кількістю води, потім розчином соди (двовуглекислого натрію) або аміаку.

Миття марганцевокислим калієм. Гарним засобом для миття посуду є 4%-ний розчин марганцевокислого калію.

Розчин марганцевокислого калію — сильний окислювач, особливо коли він підігрітий і підкислений сірчаною кислотою. Його наливають в посуд, який потрібно задалегідь вимити гарячою водою і вичистити йоржем або щіткою. Потім тонким струменем додають трохи концентрованої сірчаної кислоти, що викликає розігрівання, цілком достатнє, щоб всі забруднення на стінках швидко окислювалися.

Миття сумішшю соляної кислоти і перекису водню.

Дуже зручним і доступним окислювачем, який з успіхом можна застосовувати для миття хімічного посуду, є суміш Комаровського, що складається з рівних об'ємів 6 N. розчину HCl і 5—6%-ного розчину перекису водню. Ця суміш діє дуже енергійно, особливо при невеликому підігріванні. При цьому вона не впливає на скло, чого не можна сказати про хромову суміш або розчин марганцевокислого калію. Замість соляної кислоти можна користуватися і оцетовою. Для миття суміш наливають в злегка підігрітий посуд (мірний посуд нагрівати не можна) або ж підігривають суміш до 30—

40° С. Обмивають стінки посуду сумішшю, потім виливають її в той же посуд, в якому вона зберігалася, для повторного використання. Після цього посуд миють водою, як завжди.

Миття сірчаною кислотою і розчинами лугів. Коли посуд забруднений смолянистими речовинами, нерозчинними у воді, а також в тих випадках, коли в лабораторії немає хромової суміші, посуд можна мити концентрованою сірчаною кислотою або концентрованим (до 40%) розчином лугу (NaOH, KOH).

Поводитися з концентрованими сірчаною кислотою і лугом потрібно обережно; кислоту не можна виливати в раковину. Зливати в одну банку кислоту і луг не можна, оскільки при цьому відбуватиметься нейтралізація, що супроводиться сильним розігріванням, унаслідок чого вміст банки може розбризкуватися.

Окрім розчинів їдких натра або калі, корисно користуватися і менш сильними лугами, наприклад вапняним молоком, що, зокрема, дуже зручно для миття посуду, забрудненого гасом. Для цього в посуд наливають розчин вапняного молока (5—10%) і енергійно струшують. Повторюючи операцію два-три рази, очищають посуд від слідів гасу. Після обробки вапняним молоком посуд миють теплою водою.

Змішані способи миття посуду

Якнайкращим прикладом поєднання різних способів очищення є миття бюреток. Процес миття бюретки дуже копіткий і трудомісткий.

У добре вимитій бюретці меніск завжди має правильну увігнуту поверхню і на стінках не утворюються краплі.

Очищення посуду для особливо точних робіт. Для деяких робіт потрібний особливо чистий посуд.

Для аналітичних робіт чистота посуду має особливо важливе значення. Нерідко помилки у визначеннях можуть відбуватися саме унаслідок недостатньо чисто вимитого посуду.

Сушка хімічного посуду

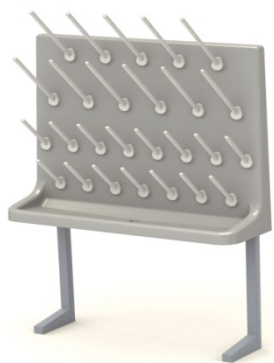
Сухий посуд потрібний, коли роботу необхідно проводити у відсутності слідів вологи (дуже багато органічних реакцій). Розрізняють: а) методи холодної сушки (без нагрівання); б) метод гарячої сушки (при нагріванні).

Якщо роботу проводять з водними розчинами, то, як правило, сушка посуду нераціональна.

Методи холодної сушки

Сушка на кілочках. Це найпоширеніший спосіб сушки посуду. У лабораторії має бути спеціальна дошка з кілочками, яку зазвичай поміщають над раковиною для миття посуду (мал. 67). Вимитий посуд надягають на ці кілочки і залишають на них до тих пір, поки вона не висохне. Потрібно стежити за чистотою кілочків і протирати їх, оскільки на вологих кілочках легко утримується пил і випадкові забруднення.

Стіл для сушки посуду. Недоліком сушки на кілочках є можливість забруднення посуду. Тому в аналітичних лабораторіях, для яких чистота посуду є надзвичайно важливою умовою, краще користуватися столами для сушки (Мал.68). Це — звичайний стіл, в кришці якого прорізають круглі отвори (гнізда) різного діаметру. Вимитий посуд перекидають і поміщають в гніздо або над гніздом відповідного діаметру. Таким чином, внутрішня поверхня судини не може забруднюватися.



Мал.67. Дошка для висушування посуду.



Мал.68. Стіл для сушки посуду

Сушка в ексикаторі. У тих випадках, коли потрібно приймати особливі заходи захисту вимитого посуду від забруднення речовинами, що містяться в повітрі, дрібні скляні вироби слід висушувати в ексикаторі. Краще застосовувати вакуум-ексикатори, заповнені силікагелем, що добре адсорбує пари води. У ексикатори при цьому поміщають тверді водовбирні речовини, але не сірчану кислоту.

Методи сушки при нагріванні

Сушка гарячим повітрям. Для прискорення сушки можна обдувати посуд гарячим повітрям. Іноді посуд сушать над електроплиткою або над «холодним» полум'ям пальника.

Нагрівання слід проводити обережно, оскільки у разі нерівномірного обігріву посуд може лопнути в результаті місцевого охолодження крапель води, що знаходяться на стінках.

Поудину потрібно весь час повертати і після закінчення висушування обтерти з скла кіптяву.

Мірний посуд (піпетки, мірні колби і т. д.) нагрівати на полум'ї не можна.

Сушка в сушильній шафі. Швидко висушити посуд можна також в сушильній шафі. Звичайно в сушильну шафу посуд ставлять після того, як він якийсь час постояв перевернутим (на кілочках, ґратах або сушильному столі) для видалення води. Сушку проводять при $T=100^{\circ}\text{C}$. На полку шафи слід покласти шматок чистого фільтрувального паперу.

Посуд при висушуванні в сушильній шафі не слід ставити вверх дном, оскільки це уповільнює випаровування пари води. Після сушки в сушильній

шафі посуд відразу застосовувати не можна, йому потрібно спочатку дати остигнути.

Таким чином, при митті і сушці посуду необхідно пам'ятати наступне:

1. Посуд завжди має бути чисто вимитим і обполоснутим дистильованою водою.
2. При роботі з йоржем потрібно стежити, щоб нижнім кінцем його не проткнути дно або не пробити стінку судини.
3. При сушці посуду треба стежити, щоб вона не забруднилася.
4. При митті посуду різними органічними розчинниками необхідно економити останні.
5. Осади і розчини цінних речовин (йод, срібло, платина, ртуть і ін.) при підготовці посуду до миття не можна викидати; їх слід збирати в окремі склянки.
6. Концентровані розчини кислот і лугів, погано пахнучі і отруйні речовини, хромову суміш, металевий натрій і тому подібне не можна виливати або викидати в раковину.
7. Вибираючи спосіб миття, перш за все, потрібно враховувати, якою речовиною забруднений даний посуд.
8. При митті посуду слід дотримуватися правил техніки безпеки і санітарії.
9. Всі небезпечні і отруйні речовини можуть відмивати тільки люди, навчені поводженню з такими речовинами. Для миття посуду з такими забрудненнями слід відводити окрему раковину, поміщену під тягою.
10. Погано пахнучі забруднення відмивають тільки під тягою.
11. Слід бути дуже обережним при використанні для миття посуду концентрованих лугів, концентрованих кислот, хромової суміші і інших окислювачів. При роботі з органічними розчинниками слід уникати вдихання їх пари, попадання розчинників на руки і одяг і пам'ятати про вогнебезпечність багатьох органічних розчинників.
12. По можливості слід механізувати процес миття хімічного посуду.
13. Для відмивання забруднень застосовують найбільш дешеві матеріали.

5. МАТЕРІАЛИ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Чому при хімічних аналізах чистота має першорядне значення?
2. Які дослідження необхідно проводити у витяжній шафі?
3. Чому при розведенні концентрованої сірчаної кислоти не можна вливати воду в кислоту?
4. Яким хімічним посудом необхідно користуватися при розведенні концентрованої сірчаної кислоти, при змішуванні речовин, які супроводжуються виділенням тепла?
5. Яку допомогу необхідно надати потерпілому при: а) пораненні; б) отруєнні бромом або хлором; у) отруєнні йодом) отруєнні лугами, кислотами; д) при опіках?
6. Як розділяються реактиви по ступеню чистоти? Що таке «кваліфікація» реактиву?
7. Як зберігати великі кількості концентрованих кислот?
8. Чому, наливаючи кислоти в ємкості, необхідно тримати їх так, щоб етикетка була зверху?
9. Як зберігають реактиви, які змінюються при дії світла? Перерахуйте такі реактиви.
10. Чому реактиви не можна зберігати відкритими?

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 2

Методи ототожнювання речовин. Терези. Реактиви. Розчини.

ЗАНЯТТЯ № 5

1. ТЕМА. Методи ототожнювання речовин – щільність, температура плавлення, температура кипіння. Термометри. Ареометри. Лабораторні нагрівальні прилади.

2. АКТУАЛЬНІСТЬ ТЕМИ: Визначати наявність досліджуваного компонента в суміші або ідентифікувати склад складного комплексу можна за фізико-хімічними показниками речовин. Ідентифікація речовин проводиться вимірюванням таких показників як щільність, температура плавлення, температура кипіння, показники заломлення, оптичної щільності, електрофоретичної рухливості, в'язкості і ін.

3. МЕТА ЗАНЯТТЯ: Ознайомитися з показниками щільності, температури плавлення, температури кипіння. Вивчити прилади і лабораторний інструментарій для охолодження і нагрівання речовин і правила користування ним. Навчитися визначати щільність, температуру плавлення, температуру кипіння речовин. Вивчити прилади і лабораторний інструментарій для вимірювання щільності, температури плавлення, температури кипіння і правила користування ним.

4. ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ ПІД ЧАС ПІДГОТОВКИ ТА ПРОВЕДЕННЯ ЗАНЯТТЯ.

4.1. ТЕОРЕТИЧНІ ПИТАННЯ ДО ЗАНЯТТЯ

1. Ареометри.
2. Різновиди ареометрів.
3. Вимірювання щільності.
4. Термометри, їх різновиди.
5. Вимірювання температури плавлення.
6. Лабораторні нагрівальні прилади.
7. Правила безпеки під час нагрівання на приладах.
8. Посуд для роботи з нагрівальними приладами.
9. Термостат, його призначенням й будова.

10. Види термостатів.
11. Техніка вмикання термостата, встановлення на певну температуру та вимикання.
12. Газонагрівальні прилади, їх будова, призначення.
13. Техніка роботи з ними (пальники Бунзена, Теклю).
14. Нагрівальні прилади на рідкому паливі (спиртівка), правила роботи з ними.
15. Електронагрівальні прилади, їх будова, призначення і техніка роботи з ними
 - 1) електропечі,
 - 2) сушильна шафа,
 - 3) муфельна і тигельна печі,
 - 4) бані — водяна, повітряна, масляна, пісчана.

Інформаційний матеріал

1. Щільність речовин. Вимірювання щільності рідин.

Під час виконання аналізів часто виникає необхідність виміряти щільність біологічних рідин, розчинів кислот, лугів, спирту або твердих речовин.

Щільність – це один з основних фізичних показників речовин. Позначається вона буквою « ρ » (читається «ро»). Для однорідного тіла або речовини щільність в усіх точках однакова і дорівнює відношенню маси тіла « m » до його об'єму « V », тобто:

$$\rho = m / V$$

Одиницею щільності (розмірність) в Міжнародних одиницях (система СІ) є $\text{кг}/\text{см}^3$, а розчинів – грам/мл.

Для вимірювання щільності використовують ареометри (денситометри) – вагові, ультразвукові, вібраційні, радіоізотопні, оптичні і поплавцеві.

Поплавцевий ареометр. У основу його дії покладений закон Архімеда. Виділяють ареометри з незмінною масою і змінним об'ємом. Ареометри розділяють за призначенням: лактоденситометри, спиртометри, урометри і ін.



Мал. 69

У щоденній практиці користуються відносною щільністю, тобто відношенням щільності даної речовини до щільності дистильованої води при температурі 40°C .

Щільність збільшується з підвищенням тиску і, як правило, зменшується при підвищенні температури. Аномально поводить ся вода. Стандартною температурою, що рекомендується для вимірювань щільності, є 20°C .

Ареометр – це скляна трубка з розширенням, низ якого заповнений дробом або залитий ртуттю (мал.69). У вузькій частині ареометра є шкала з діленнями відносної щільності точністю до третього десяткового знаку. Найменше числове значення щільності вказаного вгорі, а найбільше – внизу, оскільки із зменшенням щільності розчину ареометр занурюється глибше. Для зручності роботи випускаються набори ареометрів, які охоплюють весь спектр щільності рідин (мал.70). Випускаються ареометри з вмонтованими термометрами.



Мал. 70

Для визначення відносної щільності досліджувана рідина наливається в скляний циліндр без носика і бажано, без ділень, ємкістю і діаметром, що відповідають розмірам ареометра (мал. 71). Ареометр повинен вільно плавати, не торкаючись стінок циліндра. Ареометр не випускають з рук до тих пір, поки

не переконаються, що він не потонув, а плаває. Ареометр має бути в центрі циліндра, не торкаючись дна або стінок. Відлік ділень проводять по нижньому меніску рідини. Повторюють вимірювання ще двічі. Для цього, підвівши ареометр на 1-2 см, опускають його, чекаючи поки він зупиниться і проводять відлік.

Після вимірювання ареометр витягають, миють водою, витирають досуха і кладуть у футляр. Користуватися ареометрами необхідно обережно, тому що вони дуже крихкі.



Мал.71. Набір ареометрів

Для вимірювання об'ємної частини (градусів) спирту в його розчинах використовують спиртометр. Вони в більшості випадків випускаються промисловістю двох типів: А – від 0-60 і Б – від 60 до 100 градусів. Для вимірювання щільності сечі використовують урометри, які мають шкалу від 1,000 до 1,050 г/см³ або комплект з двох урометрів від 1,000 до 1,030 і від 1,030 до 1,060. Іноді при записі щільності сечі не пишуть кому, тобто замість 1,018 пишуть 1018.

Щільність молока вимірюють лактоденситометрами. Щільність електролітів кислотних і лужних акумуляторів вимірюють денситометрами із спеціальною грушею, яка виконує функції циліндра. Для визначення щільності легкорухливих рідин (текучих) користуються пікнометрами. Пікнометр схожий на мірну колбу з пришліфованою пробкою (мал.72). Пікнометр миють, знежирюють, висушують, зважують на аналітичних вагах, заповнюють водою, знову зважують, воду виливають, заповнюють досліджуваною рідиною. Через 25 хвилин, коли пікнометр прогріється до кімнатної температури, знову зважують.

Для визначення щільності рідин з дуже малою або дуже високою в'язкістю користуються гідростатичними вагами Мору або гідростатичними пікнометрами.

Для визначення щільності порошкоподібних речовин використовують пікнометро-волюмометри. Порошок зважують, насипають у пікнометр, в який заздалегідь налита до нижнього рівня (до нуля) рідина, яка не змочує і не розчиняє порошок. Через 20 хвилин термостатування визначають об'єм узятої наважки.



Мал. 72. Пікнометр для твердих та сипких матеріалів

Методи визначення температури речовин.

Вимірювання температури засноване на застосуванні термодинамічної шкали, виведеної теоретичним шляхом більше, ніж 100 років тому У. Кельвіном (Англія). Ця шкала має лінійний характер і не залежить від властивостей речовини, вживаної як робоче тіло. З шкалою Кельвіна збігається інша — шкала ідеального газу, виведена також теоретично. Температуру за цією шкалою вимірюють газовими термометрами, в яких робочими речовинами є гази, — водень або гелій, властивості яких в певних умовах близькі до властивостей ідеального газу.

Градус Кельвіна — одиниця вимірювання температури за термодинамічною температурною шкалою. Експериментальною крапкою репера для цієї шкали є потрійна точка води (температура рівноваги між трьома станами води — льодом, рідкою фазою і водяним паром. Температура

потрійної точки води "на $0,01^\circ$ До вище за температуру танення льоду, для неї встановлено значення $273,16^\circ\text{K}$ (точно).

Для практичних вимірювань застосовують Міжнародну практичну шкалу 1948 р. Ця шкала заснована на шести постійних і відтворних температурах фазових перетворень (при нормальному тиску 101325 н/м^2):

Кипіння кисню	$-182,97^\circ \text{З}$
Потрійна точка води	$+0,01^\circ \text{З}$
Кипіння води.....	$+100^\circ \text{З}$
Кипіння сірки.....	$+444,6^\circ \text{З}$
Твердіння срібла	$+960,8^\circ \text{З}$
Твердіння золота....	$+1063,0^\circ \text{З}$

Температури по обох шкалах (термодинамічною і міжнародною практичною) виражаються в градусах Цельсія ($^\circ\text{C}$) і градусах Кельвіна ($^\circ\text{K}$) залежно від початку відліку (положення нуля) на шкалі. Співвідношення між градусами Кельвіна (T) і Цельсія (t) по будь-якій з цих шкал

$$t = T - 273,15$$

$$T = t + 273,15$$

Температура плавлення.

Температура плавлення твердих речовин – це особливість, характерна для всіх речовин. Хоча ця величина і не специфічна, вона може бути ознакою чистоти досліджуваної речовини.

Для визначення температури плавлення малу кількість речовини дроблять ретельним розтиранням в ступці або на склі.

Заздалегідь витягають з розплавлених скляних трубок капіляри з внутрішнім діаметром $0,5-0,8 \text{ мм}$ і завдовжки $7-9 \text{ мм}$. Один з кінців капіляра (краще тонший) запаюють.

Відкритий кінець опускають в подрібнену речовину. Капіляр перевертають і постукуванням добиваються, щоб порошок впав на дно капіляра. Повторюючи процедуру кілька разів, заповнюють капіляр на висоту

4-5 мм. Для ущільнення речовини капіляр кілька разів опускають у високу вузьку трубку, яка встановлена вертикально в підставку. Капіляр прикріплюють до термометра гумовим кільцем так, щоб кінець капіляра і резервуар термометра був на одному рівні. Круглодонну довгогорлу колбу наповнюємо до половини концентрованою кислотою і встановлюємо її на азбестову сітку.

У колбу опускають і закріплюють широку пробірку так, щоб вона була частково в кислоті. У пробірку наливають гліцерин або прозору олію. Термометр з капіляром опускають до рівня кислоти так, щоб він не торкався стінок. Колбу нагрівають дуже обережно. У момент плавлення речовини вимірюють температуру. Вимірювання повторюють кілька разів і беруть середню величину. Температуру плавлення можна визначити за допомогою приладів Тіля, Дениса, Евері.

Температура кипіння.

Кожна рідина кипить при певній постійній температурі, яка залежить від зовнішнього тиску. Ця величина і є критерієм чистоти речовини.

Простим приладом для вимірювання температури кипіння рідини є круглодонна з широким горлом колба на 50 мл, в яку наливають досліджувану рідину на $\frac{1}{4}$ об'єму. Колбу закривають пробкою зі вставленим в неї термометром і тонкою, заломленою догори, трубкою. Термометр має бути на поверхні. Пари рідини виходять через трубку. Спостереження ведуть 15 хвилин. За температуру кипіння вважають ту мітку на термометрі, яка встановилася до моменту закипання. Якщо в рідині є домішки, то температура кипіння буде вища за табличні дані. Якщо тиск був нижчий 760 мм.рт. ст., то поправка: $t_1 = 0,038 (760 - P_{ат})$, а якщо вище, то поправка $t_2 = 0,038 / 760 - P_{ат}$. Величину t_1 додають, а t_2 віднімають від практичного показника вимірювань.

ПРИЛАДИ ДЛЯ ВИМІРЮВАННЯ ТЕМПЕРАТУРИ

Температуру вимірюють за допомогою термометрів. Термометри, призначені для вимірювання температур вище 630°C, називають пірометрами.

За принципом дії термометри можуть бути класифіковані на наступні групи:

1. Дилатометричні, принцип дії яких заснований на зміні об'єму робочого тіла (переважно рідини) із зміною температури.

2. Манометричні, принцип дії яких заснований на вимірюванні тиску, змінного із змінною температури, в замкнутому просторі, причому робочим тілом в них можуть бути гази, пари або рідини.

3. Електричні, такі, що підрозділяються на:

а) термометри опору (болметри);

б) термоелектричні пірометри (термопари);

в) термістори (напівпровідники).

4. Оптичні, такі, що підрозділяються на: а) радіаційні пірометри; б) оптичні пірометри.

5. Термохімічні. Термохімічним шляхом температуру вимірюють зазвичай за допомогою речовин, які змінюють забарвлення із зміною температури.

Дилатометричні термометри

У хімічних лабораторіях найчастіше застосовують дилатометричні термометри. Вони є скляними трубками з капіляром усередині і з резервуаром, заповненим, залежно від призначення, різними рідинами (мал.73).



Мал.73. Дилатометричний

термометр

Для вимірювання температур у відповідних інтервалах найчастіше застосовують наступні рідини:

Рідина, що заповнює термометр	Ртуть	Етиловий спирт	Толуол
	Пентан		

Інтервали температури °С	від —30	від —65	від 0
від +20	до+550	до +65	до -90
до -180			

Найбільш поширені ртутні термометри. Крім того, для вимірювання температури в межах від —58 до+30°С застосовують термометри, наповнені ртутно-талієвою амальгамою.

Ртутні термометри. Ртутним термометром є скляний капіляр, з резервуаром, що закінчується, для ртуті. Існує два види ртутних термометрів: трубчасті з вкладеною шкалою і палочкові. У трубчастих термометрів капіляр лежить на фарфоровій пластинці і знаходиться в центрі порожнистої трубки. На фарфоровій пластинці нанесена шкала в градусах (мал. 74).

Палочкові термометри є товстостінним капіляром. Градування у таких термометрів нанесене на зовнішній стінці капіляра, і штрихи зазвичай закрашені чорною або червоною фарбою.



Мал.74. Ртутний термометр

Ці термометри відзначаються одним недоліком: фарба, нанесена в поглиблення ділень, стирається і ділення стають погано помітними, що утрудняє спостереження. Такі термометри слід час від часу «чорнити». Для цього тонкоподрібненим графітом або обпаленою пробкою натирають шкалу термометра. Сажа затримується в поглибленнях ділень, і вони стають помітними. Щоб зберегти «чорніння» відносно довгий термін, перед «чорнінням» термометр корисно протерти ганчірочкою, змоченою 5— 10%-ним спиртовим розчином каніфолі, шлаку або якої-небудь світлої смоли. Тоді сажа утримується довше.

Відлік градусів проводять від нуля. Вгору і вниз від нуля на шкалі через певні відстані нанесені числа, що показують градуси: 0, 10, 20, 30 і так далі. Відстань між крупними діленнями розділено на рівні частини, ціна ділення ртутного термометра може бути 1, 0,5, 0,2 і 0,1° С.

Хімічні термометри звичайного типу застосовують для вимірювання температури від —30 до +360° С.

Найбільш поширені хімічні термометри з шкалою в 100, 150, 200, 250, 300 і 360°С. Крім того, є так звані «газонаповнені» термометри з шкалою до 550° С, капіляр яких заповнений газом, що не взаємодіє з ртуттю, наприклад азотом. При нагріванні термометра і піднятті стовпчика ртуті в капілярі створюється підвищений тиск, що веде до підвищення температури кипіння ртуті. Це і дозволяє вимірювати температуру до 550° С, при якій у відсутність в капілярі інертного газу ртуть перетворилася б на пару.

Для особливо точних робіт застосовуються так звані зразкові або нормальні термометри, зазвичай складові набору з п'яти термометрів з наступними інтервалами вимірювання:

№ 1 від -30 до +25°С

№ 2 від -2 до +52°С

№ 3 від +48 до +102°С

№ 4 від +98 до +202° С

№ 5 від +198 до +302° С

Ці термометри мають поділки в 0,2 і 0,1° С. Так як при вимірюванні температури в нагріту речовину занурюють тільки нижню частину термометра, то скло і ртуть нагріваються нерівномірно, і тому покази термометра дещо відрізняються від дійсних значень. Щоб отримати точні дані, потрібно вводити поправки на виступаючий стовпчик ртуті. Для визначення цієї поправки застосовують допоміжний термометр, резервуар якого встановлюють на середині виступаючого стовпчика між рівнем, до якого занурений термометр, що перевіряється, і точкою його показу. Поправку обчислюють за формулою:

$$C = n \cdot a (t_0 - t_b)$$

де С – поправка, виражена в градусах;

n – число градусів у виступаючому стовпчику;

a – коефіцієнт розширення скла;

t₀ – температура, відлічена по термометру, що перевіряється;

t_b – температура, відлічена по допоміжному термометру.

Для паличкових термометрів зазвичай $a = 0,000168$, а для трубчастих $a = 0,000158$.

Відхилення показів термометра залежать головним чином від якості скла, з якого він зроблений. Часто термометри мають паспорт, в якому вказується, яку поправку потрібно вводити, щоб отримати дійсну температуру.

При вимірюванні температури якої-небудь рідини термометр має бути занурений в неї так, щоб він знаходився на однаковій відстані від стінок судини і у жодному випадку не торкнувся їх, причому резервуар термометра повністю занурюють в рідину. Термометр тримають в рідині до тих пір, поки не перестане підніматися або опускатися стовпчик ртуті.

При відліку показів термометра за шкалою очі повинні знаходитися на одній лінії з рівнем ртуті.

Після того, як температура виміряна, термометру дають поступово остигнути, потім його добре витирають, щоб на нім не залишалось слідів тієї речовини, температуру якої вимірювали. Якщо нижня частина термометра забруднена смолою, жирними і іншими речовинами, то термометр треба витерти шматочком вати, змоченої яким-небудь органічним розчинником.

Потрібно стежити, щоб термометр завжди був чистим.

Щоб термометр поступово остигнув, його слід залишити таким, що висить на штативі або, вставивши в пробку, затиснути в лапку на тому ж штативі. Не можна класти термометр на тверді предмети (скляні пластини, кахлі, метал і т. д.).

Коли термометр більше не потрібний, його слід покласти у футляр і прибрати в спеціально відведене місце. Дуже корисно на дно футляра покласти трохи вати, щоб пом'якшити удари при укладанні термометра.

Якщо термометр не має футляра, його слід зберігати в спеціально відведеному ящику лабораторного столу, причому на дно ящика потрібно покласти шар вати або ватину.

У тих випадках, коли термометр вмонтовують в прилад, його або укріплюють в корку, або підвішують за вушко, що знаходиться у верхній частині термометра. Щоб термометр пройшов в отвір корка, його слід змастити вазелиновим маслом або спиртом або навіть водою і вставляти з боку широкого кінця корка.

Після того, як термометр вставлений в корок, виступаючу частину його, яка знаходитиметься в приладі, потрібно обов'язково обтерти чистим рушником або шматочком вати, змоченим бензином або іншим органічним розчинником, щоб видалити забруднення.

Замість вати для витирання термометрів можна використовувати фільтрувальний папір або паперові серветки.

Термометри, які вживають для спеціальних цілей, мають декілька відмінний устрій. Наприклад, термометр для калориметричних досліджень способом змішування розрахований для вимірювання температури від 15 до 25°C; на його шкалі внизу нанесено нульова поділка, потім йде розширення, потім шкала від 15 до 25°C, потім друге розширення і, накінець, поділа від 95 до 105°C.

Рідинні термометри для низьких температур.

За допомогою ртутних термометрів можна вимірювати температурау не нижче — 30°C, оскільки при — 38,9°C ртуть замерзає.

Для вимірювання температури нижче — 30°C зручніше користуватися термометрами, заповненими органічними рідинами, що мають низьку температуру переходу в твердий стан. Вище вже йшлося про органічні рідини, вживані для заповнення подібних термометрів.

Це безбарвні рідини, тому при заповненні термометрів ці рідини доводиться підфарбовувати. Для підфарбовування застосовують органічні фарбники червоного або синього кольору.

Рідинні термометри дуже чутливі до зміни температури.

При заповненні термометра пентаном нижній поріг вимірювання температури може доходити до -180°C . Є рідинні термометри, що дозволяють вимірювати температуру до -200°C . Нижня межа вимірюваної температури у таких термометрів обмежується властивістю рідин, які переходять в твердий стан.

В деяких випадках зручніше застосовувати термометри з ртутноталієвою амальгамою, ніж термометри, заповнені толуолом або пентаном.

Потрібно запам'ятати правила поводження з термометрами.

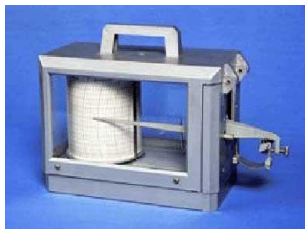
1. З термометрами, особливо спеціальними, слід поводитись дуже обережно; не можна нагрівати їх вище за максимальну температуру, вказану на шкалі.

2. Після роботи потрібно дати термометру поступово остигнути до кімнатної температури, очистити його і, поклавши у футляр, прибрати на місце.

3. Час від часу необхідно перевіряти правильність показів термометра.

АВТОМАТИЗАЦІЯ КОНТРОЛЮ ТЕМПЕРАТУРИ

При проведенні багатьох дослідницьких робіт буває необхідно дотримувати строгий температурний режим, що встановлюється особливими пристосуваннями. Візуальне спостереження за температурою протягом тривалого часу дуже утомливе і важке і навіть не завжди здійсненне. Тому для реєстрації зміни температури застосовують спеціальні прилади, так звані термографи (мал.75).



Мал.75. Термограф

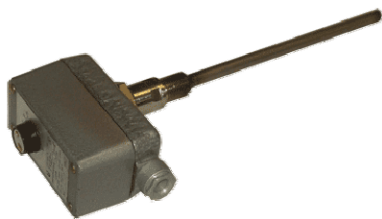
Ці прилади забезпечені годинниковим механізмом з тижневим або добовим заводом і теплочутливим пристроєм для автоматичного запису температури за час спостереження. На барабані, в якому знаходиться годинниковий механізм, укріплюють паперову стрічку з діленнями по вертикалі в градусах, а по горизонталі — в днях і годинах. Прилад забезпечений самописцем і при обертанні барабана на стрічці виходить лінія, що характеризує зміну температури в часі. Такі термографи можна застосовувати для контролю температури в замкнутому просторі, наприклад в приміщенні, якій-небудь камері і тому подібне.

Для автоматичного контролю температури рідин існують заповнені рідиною реєструючі термометри з гнучким капіляром, що дозволяє змінювати місце вимірювання. Також існує багато систем автоматичного запису температури в часі, засновані на використанні гальванометрів і інших електричних пристроїв.

Терморегулятори

Терморегулятори бувають різних систем і видів.

Ртутно-толуолові терморегулятори. Ртутно-толуоловий терморегулятор (мал.76) — досить чутливий прилад.



Мал.76. Терморегулятор дилатометичний.

У верхній частині балона є припаяна трубка із запаяним верхом, через яку проходить платиновий дріт, що є нерухомим контактом. Рухомим контактом служить тонкий сталевий стрижень з напаяним платиновим кінцем. Цей

стрижень через гумовий корок вставляють в трубку до потрібного рівня. Для настроювання терморегулятора на ту або іншу температуру слід підняти або опустити рухомий контакт, відповідно пересунувши гумову пробку, зачеплену на стрижень рухомого контакту. Об'єм балона і діаметр капілярної трубки мають бути такі, щоб при зміні температури на 10°C рівень ртуті в капілярі змінився щонайменше на 1 см.

Контактний термометр. Контактний термометр (мал.5) замінює терморегулятор і термометр і може бути рекомендований у багатьох випадках для регулювання температури (мал.77).



Мал. 77. Термометр контактний

Контактний термометр перед установкою в сушильну шафу або термостат потрібно настроїти. Налаштування полягає в тому, що рівень ртутного меніска встановлюють на діленні, відповідному потрібній температурі. Для цього перевертають термометр кінцем вгору і, постукуючи інший кінець об долоню, струшують деяку кількість ртуті в капіляр термометра так, щоб ця ртуть злилася із стовпчиком ртуті, що знаходиться в капілярі. Після цього перевертають термометр і дивляться, чи показує стовпчик потрібну температуру. Якщо цього ще немає, то операцію повторюють. Якщо ж стовпчик показує велику температуру, то обережними ударами по кінцю струшують надлишок ртуті. Ніколи не слід ударяти по ртутному резервуару термометра, оскільки він може зламатися. Для приєднання до реле у контактного термометра є клеми.

Якщо контактний термометр вставляють в сушильну шафу, його слід обгорнути азбестом або ж зробити пробку, відповідну за розміром величині отвору для термометра в шафі. Для цього готують густу азбестову кашку і обкладають нею термометр так, щоб вийшла пробка. Потім, давши підсохнути

азбестовому шару на термометрі, вставляють його в шафу, якщо потрібно, підмазують азбестовою кашкою.

В тому випадку, якщо вимірювана температура не перевищуватиме 100°C , замість азбесту можна використовувати чисту гігроскопічну вату. Стрічкою з вати загортають те місце контактного термометра, на якому повинна знаходитися пробка. Для кращого ущільнення вату корисно змочити водою, а після цього обжати і висушити.

НАГРІВАННЯ

Нагрівання можна проводити: безпосередньо голим полум'ям; через азбестову сітку; на бані; електронагрівальними приладами.

Якщо потрібно нагрівати пробірку, її слід затиснути в утримувачі. При невмілому і сильному нагріванні пробірки рідина швидко скипає і випліскується з неї, тому нагрівати потрібно обережно. Коли почнуть з'являтися бульбашки, пробірку слід відставити і, тримаючи її не в полум'ї пальника, а біля нього або над ним, продовжувати нагрівання гарячим повітрям. При нагріванні відкритий кінець пробірки має бути обернений убік від себе і від сусідів по столу.

Коли не потребується сильного нагріву, пробірку з рідиною, що нагрівається, краще опустити в гарячу воду. Якщо працюють з маленькими пробірками (для напівмікроаналізу), то нагрівають їх тільки в гарячій воді, налитій в скляний стакан відповідного розміру (ємкістю не більше 100 мл).

Голим полум'ям користуються переважно при прожаренні шамотних, фарфорових, платинових, нікелевих, залізних і інших металевих тиглів і кварцевого посуду (мал. 78).



Мал. 78. Нагрівання на відкритому вогні.

Нагрівати голим полум'ям хімічний посуд, наприклад колби, стакани і т. д., не рекомендується, оскільки посуд при цьому може лопнути.

При нагріванні хімічного посуду в більшості випадків користуються азбестовими сітками (мал.79) або шматком листового азбесту.



Мал. 79. Нагрівання через азбестову сітку.

Сітку кладуть на триногу або на кільце штатива, на неї ставлять посудину і знизу підставляють пальник. Полум'я пальника не торкається безпосередньо посудини, і нагрівання йде через азбест, чим досягається велика рівномірність обігріву.

Проте на сітці досить важко вести нагрівання при якій-небудь певній температурі. Для цього застосовують різного роду бані, з них найбільш споживаними є: водяні, парові, сольові, повітряні, пісочні, масляні, гліцеринові, парафінові, трикрезилфосфатні, з легкоплавких металів, сплавів.

Водяні бані (мал.80). Водяні бані застосовують тільки в тих випадках, коли потрібне нагрівання не вище 100°C . Водяна баня дає м'яке нагрівання — це стакан, наповнений водою, або електрична водяна баня з регулятором рівня води.



Мал.80. Водяна баня з регулятором рівня води.

Застосовують і повітряну баню — захищають колбу від полум'я азбестовою сіткою, а ще краще металевою чашкою.

Окрім одногніздних водяних бань, в лабораторіях застосовують також і багатогніздні.

Нагрівання на водяній бані можна проводити двома способами: посуд, що обігрівається, занурюють в киплячу воду, до цього моменту температура нагріву досягає 100° С; посуд, що обігрівається, не торкається води і нагрівається тільки водяною парою, - температура нагріву на декілька градусів нижче 100° С.

У баню наливають воду так, щоб по самі вінця залишалось 2—3 см. Посуд, що нагрівається, поміщають на кільця такого діаметру, щоб своєю нижньою частиною вона знаходилась на 1,5—2 см усередині бані.

Якщо нагрівають стакан, то його треба ставити так, щоб він не провалювався, тобто внутрішній діаметр кільця має бути менше діаметру дна стакана.

Воду в бані нагрівають до кипіння і підтримують в такому стані увесь час нагрівання.

Не можна нагрівати полум'ям органічні речовини в скляному посуді значного об'єму. Так можна нагрівати лише пробірки, постійно струшуючи їх. Не можна нагрівати товстостінний посуд, не призначений для цієї мети (батареїні стакани, промивалки і інш.). Не можна нагрівати ніякі прилади, що не мають сполучення з повітрям (якщо тільки не йде мова про спеціальні прилади для роботи під вакуумом або при підвищеному тиску). Порушення цього правила неминуче приводить до вибуху із-за підвищення тиску повітря в замкнутому просторі. Наслідки такого вибуху можуть бути дуже важкими.

При роботі з водяною банею потрібно піклуватися про те, щоб в ній завжди була вода. Часто трапляється, що через недогляд вся вода з бані википить, внаслідок чого можуть відбутися неприємні наслідки (псування бані, псування речовини, що нагрівається). Тому в лабораторній практиці краще всього користуватися банями з автоматичним живленням водою. У нижній частині такої бані є відросток, до якого приєднаний сифоновий пристрій для автоматичної підтримки рівня води.

Якщо доводиться нагрівати вогнебезпечні речовини (ефір, спирт, ацетон, бензол і ін.), то в цих випадках спочатку нагрівають баню, потім

пальник гасять і посудину, що нагрівається, з вогнебезпечною речовиною занурюють у воду. При випаровуванні ефіру воду потрібно нагрівати не вище 60—70°C і посуд з ефіром занурювати так, щоб рівень ефіру в посуді був на одному рівні з водою в бані. Цього ж правила потрібно дотримуватися при нагріванні і інших вогнебезпечних речовин.

Парові бані. Для нагрівання при температурах приблизно у 100°C іноді застосовують парові бані. Зазвичай парова баня є воронкоподібною посудиною, забезпеченою трубкою для підведення водяної пари і коліном для стоку конденсату; це коліно одночасно є гідравлічним затвором, що перешкоджає виходу пари (мал. 81). Під коліно парової бані потрібно поставити який-небудь посуд, в який стікатиме конденсат. Перед пуском пара рекомендується в коліно налити води.



Мал. 81. Парова баня

Колбу, яка повинна обігріватися парою, укріплюють на паровій бані так, щоб з неї виглядала тільки шийка посуду. Парову баню закривають круглим шматком жерсті з круглим вирізом в центрі і розрізом по радіусу, що дозволяє надягати цю кришку на горло колби. Працюючу баню поміщають у витяжну шафу. Пар для обігріву можна або брати із загального паропроводу, якщо він є в лабораторії, або ж отримувати його в паровичку.

Сольові бані. Для нагрівання до температури вище за 100° С можна користуватися сольовими лазнями, в яких теплоносіями служать розчини солей. Як відомо, температура кипіння розчинів солей залежить від їх концентрації. Це дає можливість користуватися різними ступенями нагрівання, застосовуючи розчини солей різної концентрації.

Сольовий розчин можна помістити в звичайну водяну баню, при необхідності її обладнали пристосуваннями для підтримки постійного рівня рідини і постійної температури.

Повітряні бані. Як повітряні бані зазвичай використовують так звані воронки Бабо. Ці воронки зроблені з чорної жерсті і не мають трубки (мал. 82).



Мал. 82. Принцип дії воронки Бабо.

На деякій відстані від нижнього отвору і від стінок воронки знаходиться залізний кружок, на який накладений шар азбесту. Усередині воронки на стінках по створках прокладено декілька (залежно від розміру воронки) ребер з азбесту. По верхньому широкому краю є ряд отворів. Воронку укріплюють на тренозі або кільці. Якщо в неї помістити яку-небудь посудину, наприклад колбу, то стінки його не торкатимуться воронки. Підставляючи знизу пальник, нагрівають нижній кружок, не дотичний з посудиною. Нагріте повітря поступає у воронку через отвори між кружком і стінкою воронки.

Іноді воронки Бабо заздалегідь поміщають в металевий циліндр такого діаметру, щоб воронка трималася в нім. У стінці біля дна металевого циліндра роблять отвори, а зверху, на рівні воронки Бабо, вставляють слюдяні віконця для спостережень. Під воронку ставлять пальник.



Мал. 83. Повітряна баня.

Для цієї мети дно її пробивають знизу в декількох місцях, ближче до стінки; з азбесту вирізують кружок (діаметром на 1/3 менше діаметру дна), який, заздалегідь намочивши, кладуть на дно. З товстого (1 мм) дроту вигинають дві-три дужки, які обгорнули азбестом. Дужки на кінцях загинають і укріплюють їх на краях банки.

Повітряну баню нагрівають так само, як і воронки Бабо.

При аналітичних роботах іноді необхідно провести обережне випаровування, наприклад сірчаної кислоти, але так, щоб вона не кипіла і не

розбризувалася. Для цієї мети зручне просте пристосування (мал. 83), що є одним з різновидів повітряних бань і застосовується в багатьох лабораторіях.

Сталевий або нікелевий стакан 1 конічної форми вставляють в сталеву круглу пластинку 3, що має в центрі відповідний виріз. У стакан вставляють фарфоровий трикутник 2 на платиновому дроті або цілком з платини. На цей трикутник поміщають тигель або чашку. Обігрів здійснюється таким же шляхом, як і інших повітряних бань.

Пісочні бані. Для обережного нагрівання до високої температури або для обережного прожарення досить часто користуються пісочними банями (мал.84). Для цього беруть по можливості чистий дрібний пісок і поміщають його на сковорідку або в сталеву чашку, насипаючи так, щоб вийшла пірамідка. У середину судини з піском ставлять ту, що підлягає обігріву судину (колбу, тигель і т. д.), яка має бути занурена в пісок так, щоб він не стосувався дна сковороди або чашки.



Мал.84. Пісочна баня

Поряд в пісок поміщають термометр. Свіжий пісок перед вживанням має бути добре прожарений (у витяжній шафі), щоб згоріли всі органічні домішки, які часто в нім є.

Проте краще робити так: у центр пісочної бані насипати спочатку стільки піску, щоб можна було тільки поставити посудину, що підлягає нагріванню, а потім насипати решту піску до потрібного рівня. Іноді замість піску застосовують сталеві стружки. Недоліком такої бані є порівняно швидке охолодження.

Масляні бані. Для наповнення масляних бань, дуже поширених в дослідницьких лабораторіях, користуються висококиплячими мінеральними маслами, що отримуються з нафти, наприклад циліндровим, компресорним і так далі. Масло наливають в чавунні циліндрові бані (мал. 85), або ж в

емальований посуд. Посудину, що нагрівається, поміщають в баню так, щоб рівень речовини в посудині був на одному рівні з маслом.



Мал. 85. Масляна баня

У масло занурюють спеціальний термометр, на якому червоними цифрами або червоною межею позначена максимальна температура, вище за яку нагрівати небезпечно. Термометр підвішують на гнучкому дроті до лапки, укріпленої на штативі.

При високій температурі масло починає частково розкладатися з утворенням погано пахнучих продуктів, що викликають головний біль. Тому масляна баня при нагріванні повинна знаходитися у витяжній шафі.

Іноді при тривалому нагріванні до високої температури масло в бані спалахує. Масло, що спалахнуло, можна погасити, швидко накривши баню листом азбесту. Ні воду, ні пісок для гасіння масла, що запалало, вживати не можна.

Масляні бані дозволяють нагрівати до 200 - 250°C. Дуже хороший наповнювач для бань — поліетиленоксидна смола, що розчинна у воді. Це дає можливість легко очищати реакційний посуд після їх нагрівання в такій бані.

Бані, наповнені олією або смолою, слід забезпечувати термометром і уважно спостерігати за температурою, щоб запобігти небезпечному перегріву.

Бані закриваються зверху кількома концентричними, налягаючими одне на інше кільцями.

При роботі з масляною банею завжди має бути наготові шматок листового азбесту, достатній для того, щоб їм можна було накривити баню.

Корисно підготувати два однакові шматки листового азбесту, кожен з яких має в середині біля одного краю по однаковому вирізу, щоб в них поміщався корпус приладу, зануреного в масло. У разі загоряння масляної бані, коли в ній знаходиться прилад, обидві половинки накладають з обох

боків приладу так, щоб вони заходили одна на одну. Масло, що запалало, можна також погасити, додавши в посудину з маслом, що горить, достатню порцію холодного масла. Тому корисно мати наготові деякий запас холодного масла.

Гліцеринові бані. Значно зручніше за масляні бані гліцеринові. Гліцерин — густа, в'язка рідина з температурою кипіння вище 250°C . На гліцериновій бані дуже зручно вести обігрів до температури не вище 200°C . Баня має той недолік, що при перегріванні можливе розкладання гліцерину з утворенням акролеїну, що викликає сльозотечу і кашель. Тому обігрів такої бані слід вести через азбест, але не на голому вогні.

Парафінові бані. Іноді замість масляних бань використовують парафінові, для наповнення яких застосовують парафін. Все сказане про масляні лазні відноситься і до парафінових.

Масляна, гліцеринова і парафінова бані не відзначаються, подібно киплячій водяній, постійною температурою, і тому при роботі з ними необхідно весь час стежити за температурою.

На початку роботи баню нагрівають на досить великому полум'ї пальника до температури на $20\text{—}25^{\circ}\text{C}$ нижче потрібної. Після цього зменшують полум'я і обережно доводять температуру бані до заданої. Надалі температуру бані регулюють величиною полум'я пальника. Якщо відбувся перегрів, чого в роботі слід уникати, то потрібно або відставити пальник, або сильно зменшити його полум'я.

Силіконові бані. Нагрівання до температури порядку 400°C досягається при використанні як теплоносіїв силіконів, тобто кремнійорганічних сполук.

Бані з легкоплавких металів і сплавів застосовуються в тих випадках, коли потрібна дуже постійна температура нагріву. Формою і будовою вони не відрізняються від інших бань; головна їх перевага полягає в тому, що вони абсолютно не пламеніють.

Як теплоносій в таких банях застосовують свинець, олово, вісмут, сплави цих металів або спеціальні легкоплавкі сплави. Часто застосовують

сплав Вуда, що має температуру плавлення $65,5^{\circ}\text{C}$. Цей сплав можна нагрівати до 250°C і лише не надовго, — до 300°C .

Зі всіма цими сплавами і металами слід працювати під тягою, оскільки при нагріванні метали, особливо свинець, випаровуються, пари ж свинцю отруйні.

Евтектичні суміші. Окрім розчинів солей для нагрівання вище за 300°C дуже зручно застосовувати суміші сухих солей, що розплавляються при порівняно низькій температурі і створюють розплав, що витримує температуру до 500°C . До таких сумішей відноситься еквімолярна суміш азотнокислого натрію (48,7%) і азотнокислого калію (51,3%). Ця суміш має температуру плавлення 219°C і застосовується для нагрівання від 230 до 500°C . Використовують також суміш азотистоокислого натрію (40%), азотнокислого натрію (7%) і азотнокислого калію (53%); температура плавлення суміші 142°C . Така суміш придатна для нагрівання від 150 до 500°C . Однак при нагріванні до високих температур азотистоокислий натрій поступово окислюється.

З органічних сполук для приготування евтектичних сумішей застосовують дифеніловий ефір і дифеніл. Ця суміш відома під назвою даутерм А і має низьку точку плавлення (12°C).

Проводячи нагрівання, необхідно керуватися наступними основними правилами.

1. Перш ніж запалити пальник, що працює на рідкому паливі, треба переконатися, що в ньому немає яких-небудь несправностей.

Якщо робота ведеться з газовим пальником (Теклю або Бунзена), перед запаленням треба закрити доступ повітря.

2. Не можна нагрівати посуд з простого хімічного скла на голому полум'ї. При нагріванні слід користуватися листами азбесту або азбестованими сітками.

3. Діетиловий ефір, спирти, бензол, бензин, петролейний ефір і інші вогнебезпечні речовини не можна нагрівати безпосередньо на голому

полум'ї, а обов'язково на водяній бані. При роботі з вогнебезпечними речовинами пальники мають бути погашені.

4. При роботі з водяною банею необхідно стежити за тим, щоб в ній завжди була вода.

5. При роботі з масляною і парафіною банями слід обережати їх від перегріву. Займисті масляні бані гасять, закриваючи їх листом азбесту.

ПРОЖАРЕННЯ

Прожаренням називають операцію нагрівання твердих речовин до високої температури (вище за 400°C) з метою: а) звільнення від летючих домішок; б) досягнення постійної маси; проведення реакцій, що протікають при високих температурах; озолення після попереднього спалювання органічних речовин. Нагрівання до високої температури проводять в муфельних печах (мал. 86) (в тиглях).



Мал. 86. Муфельна піч

Дуже часто в лабораторіях доводиться прожарювати такі речовини, як $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ і ін., з метою обезводнення. Прожарення зазвичай ведуть на газових плитках, речовину поміщають на сталеві сковороди. Якщо не можна допускати забруднення препарату залізом, то прожарювати потрібно в шамотних тарілках або сковорідках. Ніколи не потрібно поміщати на сковороду велику кількість солі, оскільки при обезводненні сіль розлітається, що викликає значні її втрати.

Якщо доводиться що-небудь прожарювати у фарфоровому або шамотному тиглі, то тигель нагрівають поступово: спочатку на невеликому полум'ї, потім полум'я помалу збільшують. Щоб уникнути втрат при

прожаренні, тиглі зазвичай закривають кришками. Якщо в такому тиглі доводиться що-небудь озолить, то спочатку при слабкому нагріванні спалюють речовину у відкритому тиглі і вже після цього закривають тигель кришкою.

Якщо фарфоровий тигель після роботи забруднений усередині, то для очищення в нього наливають концентровану азотну кислоту або димлячу соляну кислоту і обережно нагрівають. Якщо ні азотна, ні соляна кислоти не видаляють забруднення, то беруть суміш їх в пропорції: азотна кислота — 1 об'єм і соляна кислота — 3 об'єми. Іноді забруднені тиглі обробляють або концентрованим розчином KHSO_4 при нагріванні, або плавленням цієї солі в тиглі з подальшою промивкою його водою. Бувають, проте, випадки, коли всі вказані прийоми не допомагають; такий тигель рекомендується застосовувати для яких-небудь невідповідальних робіт. У практиці аналітичних робіт, коли доводиться прожарювати оксиди металів, наприклад Fe_2O_3 , потрібно піклуватися про те, щоб полум'я пальника не стикалося з прожарюваною речовиною (щоб уникнути відновлення) в таких випадках застосовують платинові пластинки з отвором в центрі, в який вставляють тигель. Ці пластинки можна укріпити в азбестовому картоні. Замість платини можна застосовувати глиняні або шамотні пластинки з круглим отвором в центрі.

Для нагрівання тигля його потрібно ставити у фарфоровий трикутник (мал.82). Останній роблять з трьох насаджених на дріт фарфорових трубок. Трикутник слід брати таких розмірів, щоб тигель, вставлений в нього, видавався назовні не більше ніж на $1/3$ висоти.

Підігрів ведуть поступово. Спочатку тигель нагрівають над полум'ям пальника (тільки гарячим повітрям), потім поступово його вводять в безбарвне полум'я пальника і, нарешті, поміщають в ту або іншу зону полум'я залежно від необхідної температури прожарення. При цьому рекомендується з самого початку нагрівання укріпити тигель на такій висоті, на якій він повинен знаходитися в останній найбільш тривалий період прожарення.

Спочатку ж, тримаючи пальник в руці, регулюють відстань полум'я від дна тигля.

В більшості випадків роботи з тиглем останній має бути закритий кришкою на весь час роботи. Для спостереження за ходом прожарення або спалювання кришку періодично знімають за допомогою щипців для тиглів або пінцета. Після закінчення прожарення або спалювання пальник відставляють або гасять, дають тиглю остигнути якийсь час, а потім поміщають його в ексикатор.

Для отримання правильних результатів аналізу дуже важливою є тривалість охолодження фарфорових тиглів в ексикаторі. У разі, коли ексикатор заповнений тиглями, охолодження їх до моменту зважування повинно проводитися не менше 2 годин, оскільки при меншому охолодженні виникає помилка із-за різниці температури вагів і тиглів. Щоб звести помилку до мінімуму (0,16 міліграм), тиглі в ексикаторі необхідно охолоджувати не менше 1 години, навіть коли в ексикаторі знаходяться тільки два тиглі. Якщо тиглі витримувати в ексикаторі 25 - 40 хв, як це зазвичай рекомендують, різниця в температурі вагів і тиглів досягає 10°C, а помилка зважування складає 2—3 міліграми. Скоротити час охолодження тиглів можна: 1) охолодженням їх на повітрі перед поміщенням в ексикатор; 2) зменшенням кількості тиглів, що одночасно встановлюються в ексикаторі, і 3) витримкою тиглів у вітрині терезів перед зважуванням.

Встановлено, що якщо температура усередині ексикатора була вища за температуру терезів, то це приводить до зменшення маси тиглів, що знаходилися ексикаторі, на 0,13 міліграм/град. Щоб уникнути цього температурного збивання, рекомендується в ексикатор поміщати на спеціальній підставці невеликий термометр і звіряти його покази з показами термометра у ваговій кімнаті. Не рекомендується також поміщати в ексикатор одночасно більше 6 тиглів.

При прожаренні осаду в тиглі Гуча останній вставляють в звичайний, декілька більших розмірів фарфоровий тигель так, щоб стінки обох тиглів не

стикалися. Для цього тигель Гуча обгортають смужкою зволоженого азбесту і, натискаючи, вдавлюють в запобіжний тигель так, щоб відстань між дном того і іншого дорівнювала декільком міліметрам. Спочатку разом висушують при 100°C, потім тигель Гуча виймають, а запобіжний тигель разом з азбестовим кільцем перед першим вживанням сильно прожарюють.

Дуже обережного поводження вимагають платинові тиглі, які недосвідчені працівники часто пропалюють. Щоб уникнути цього, нагрівання платинового посуду на голому полум'ї потрібно вести так, щоб внутрішній конус полум'я пальника не торкався платини. При зіткненні ж цього конуса з платиною утворюється карбід платини. Сильні руйнування платини відбуваються при температурі, близькій до її температури плавлення.

Незначні руйнування поверхні усувають шляхом розжарювання в окислювальному середовищі. Сильно пошкоджений тигель разом з порошком карбиду платини (який обов'язково слід збирати), що утворився, здають для переплавлення.

Дуже зручні кварцеві тиглі, що мають багато цінних властивостей: велика термічна міцність, хімічна індиферентність до більшості речовин і ін. Проте потрібно пам'ятати, що кварц сплавляється з лугами або лужними солями.

В деяких випадках прожарення або нагрівання необхідно проводити або в окислювальному, або у відновному, або в нейтральному середовищі. Найчастіше для цих цілей застосовують трубчасті або спеціальні печі, через які під час прожарення пропускають відповідний газ з балона. Для створення окислювального середовища пропускають кисень, для створення відновного середовища — водень або окисел вуглецю. Нейтральну атмосферу створюють пропусканням аргону і іноді азоту.

При вирішенні питання, який газ слід застосовувати у кожному окремому випадку, потрібно знати, чи не буде обраний газ при високій температурі реагувати з даною речовиною. Навіть такий здавалося б

інертний газ, як азот, у деяких умовах може утворювати сполуки типу нітриду.

Деякі зауваження про роботи, пов'язані з нагріванням і прожаренням

- При роботі з нагрівальними приладами (газовими, електричними або гасовими) потрібно приймати запобіжні засоби, щоб уникнути нещасних випадків і пожежі.
- При роботі з газом потрібно обов'язково стежити за тим, щоб він не витікав з газової мережі і не нагромаджувався в приміщенні лабораторії. Газові крани, коли пальники не працюють, мають бути добре закриті. Час від часу їх потрібно перевіряти, підносячи до закритого крана сірник, що горить.
- Щоб уникнути опіків при нагріванні і прожаренні, ніколи не слід брати голіруч нагріті колби, стакани, чашки і ін.; необхідно або обгорнути їх рушником, або ж надіти на пальці по шматку

ТЕРМОСТАТИ

Термостатом називається прилад, що дозволяє підтримувати в нім постійну температуру. Термостати бувають рідинні і повітряні.

Рідинні термостати. У рідинних термостатах в більшості випадків теплоносієм служить вода, температуру якої регулюють за допомогою спеціальних пристосувань.

На мал. 87 зображений один з сучасних рідинних термостатів, температура в якому, підтримується з точністю до $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Терморегулятор працює від мережі змінного струму. Він може бути налаштований на чотири рівні температури, потрібна температура досягається швидко без якого-небудь додаткового регулювання.



Мал. 87. Рідинний термостат

Повітряні термостати на вигляд схожі на сушильні шафи. Вони бувають як з електричним, так і з газовим обігрівом і забезпечуються терморегуляторами і термометрами. Зазвичай до термостата додається опис роботи з ним.

Термостати для низьких температур (**криостати**). Для збереження легколетучих, речовин в літній час і для тих випадків, коли яку-небудь речовину треба зберігати при низькій температурі, влаштовують спеціальні термостати для низьких температур (холодильники).

Охолоджені предмети поміщають в холодильник через отвір збоку або зверху, що закривається трьома дверцями або кришками, і у разі розташування загрузочного отвору що вгорі має додаткову кришку.

Застосовуючи суміші, що охолоджують, температуру в термостаті можна тримати нижче 0°C . Дуже зручно як криостати застосовувати електричні холодильники. У електричному холодильнику можна також отримувати лід у вигляді кубиків невеликого розміру.

Сухий лід. У тих випадках, коли охолоджувана речовина не взаємодіє з двоокисом вуглецю, корисно застосовувати в криостатах так званий сухий лід, що є твердим двоокисом вуглецю. Сухий лід має температуру -78°C , випаровується поволі, не залишаючи якого-небудь залишку.

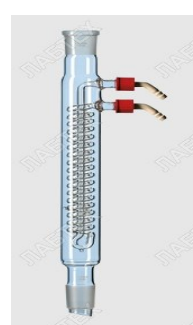
Якщо стінки криостата мають хорошу ізоляцію, одна порція сухого льоду може служити декілька днів.

ОХОЛОДЖУВАННЯ

Для охолодження найчастіше використовують воду і лід. Холодильники, що омиваються проточною водопровідною водою (мал. 88), забезпечують конденсацію розчинника при кип'яченні із зворотним холодильником, конденсацію дистилляту — при перегонці.

Реакційні посудини або приймачі в деяких випадках охолоджують льодом або сумішшю подрібненого льоду і технічної куховарської солі в співвідношенні 3:1. Ця суміш дає охолодження до -20°C .

Мал. 88. Холодильники.



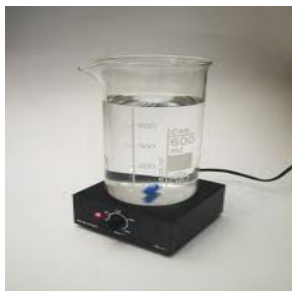
а — кульковий холодильник б — холодильник Лібіха в — холодильник Дімрота.

ПЕРЕМІШУВАННЯ

Перемішування необхідне при проведенні реакцій, в яких беруть участь декілька фаз, при додаванні компонента з краплинної лійки, за наявності осаду. Перемішування дозволяє також уникнути перегріву.

Проводячи короточасне нагрівання у відкритому посуді, зазвичай можна обмежитися перемішуванням скляною паличкою від руки. Якщо по пропису необхідно тривале перемішування або роботу ведуть в закритій посудині, то використовують витягнутий з керна прецизійний скляний прилад, що приводиться в дію мотором (мішалка). Мішалку змащують парафіновим або касторовим маслом. Для того, щоб запобігти поломці, шліф колби і гільзу мішалки закріплюють лапками. Для створення деякої гнучкості вісь мішалки сполучають гумовим шлангом завдовжки 5 см, який іншим кінцем надітий на

скляну паличку, сполучену з валом мотора. Також використовують магнітну мішалку (мал. 85).



Мал. 89. Магнітна мішалка

СУШКА

Сушку твердих речовин в умовах трьохгодинного практикуму не вдається проводити звичайними методами (пістолет для сушки, сушильна шафа). Умовам практикуму задовольняє сушка на пластинках з необпаленої глини. Для цього речовину, звільнену фільтруванням або відсмоктуванням від рідини, поміщають на глиняну пластинку і час від часу сильно притискають його шпателем до пластинки, яка вбирає рідину.

Якщо по пропису потрібно висушити органічний розчин, отриманий, наприклад, в результаті екстракції з водної фази, то його поміщають в стакан або ділильну лійку і при перемішуванні (а в ділильній лійці при струшуванні) малими порціями додають порошкоподібний осушувач — сульфат натрію, хлористий кальцій, поташ. Якщо при цьому утворюється водний шар, його відокремлюють. До органічної фази додають осушувач до тих пір, поки надлишок його не залишиться у вигляді порошку, що не злипається. Потім висушений розчин фільтрують.

Гази сушать пропусканням через промивалки, наповнені відповідним осушувачем (наприклад, концентрованою сірчаною кислотою).

Газові нагрівальні прилади

Газові пальники (мал. 90) користуються найбільшим розповсюдженням в лабораторіях. Вони бувають двох основних типів: Бунзена і Теклю; останні зручніші в обігу. Часто застосовують також пальники Меккера.

Газові пальники Бунзена дають «холодне» полум'я, що коптить, світиться, та «гарячіше», що не світиться. Газ підводиться через нижнє бічне відведення і поступає в пальник після того, як відкритий газовий кран. У пальників Бунзена внизу, декілька вище за бічне відведення, є два отвори для надходження повітря. При вільному доступі повітря виходить прозоре, злегка голубувате полум'я, що не світиться, а при малому — що коптить.

Пальники Бунзена бувають двох типів: без регулятора притоку повітря і з регулятором. Пальники Бунзена другого типу мають регулювальну гільзу. Повертаючи її можна або зовсім закрити отвір для доступу повітря і отримати полум'я, що коптить, або ж відкрити його і отримати полум'я, що не світиться, з внутрішнім конусом різної величини. Від величини цього конуса залежить температура самого полум'я.



Пальник Теклю



Пальник Бунзена

Мал. 90. Газові пальники:

У пальниках Теклю подачу повітря регулюють за допомогою диска, що закриває в початковому положенні нижню розширену частину трубки пальника; при цьому повітря в пальник не поступає і виходить полум'я, що коптить. Відкручують диск, дають доступ повітря, отримуючи полум'я, що не світиться. Пальники Теклю, крім того, забезпечені також регулювальним гвинтом для подачі газу. Відкриваючи цей гвинт, можна за бажанням регулювати велику або меншу подачу газу.

Конструкції пальників Теклю і Бунзена пристосовані для спалювання газу, що отримується на газових заводах при сухій перегонці кам'яного вугілля. Такий газ має меншу калорійність, чим природний.

В даний час всі лабораторії перейшли на використання природного газу і газові пальники старої конструкції виявилися менш ефективними, оскільки в них не відбувається повне згорання газу. Деяка зміна конструкції пальника Теклю дозволяє досягти повного згорання природного газу і отримати гарячіше полум'я.

Газовий пальники слід держати в порядку. Особливо потрібно стежити за тим, щоб всередину їх нічого не попадало; тому рекомендується час від часу перевіряти пальники, розбирати їх і прочищати.

При запаленні пальника спочатку закривають доступ повітря, проводять регулювальну гільзу у пальника бунзена і диск у пальника Теклю у відповідне положення. У пальників Теклю крім того, має бути відкритий регулятор для газу (достатньо два обороти гвинта від початкового положення). Після цього відкривають газовий кран, запалюють пальник і регулюють надходження повітря (якщо хочуть отримати «гаряче» полум'я, що не світиться).

При недотриманні цього порядку можливе «проскакування» полум'я, особливо у пальників Бунзена. Полум'я, що «проскочило», має особливий вигляд і форму; якщо пальник мідний, то воно забарвлюється в зеленуватий колір; при цьому характерний шум газового пальника змінюється як би свистом. У таких випадках негайно закривають газовий кран, і лише після того, як пальник достатньо остигне, запалюють його знов, дотримуючи приведені вище правила.

Особливо часто полум'я проскакує, коли подача газу зменшується в результаті пониження тиску в мережі. Щоб уникнути проскакування в цьому випадку потрібно зменшити подачу повітря.

Кожен новий пальник потрібно перевірити, особливо ті місця його, де можливе пропускання газу. Якщо біля пальника, що горить, відчувається запах газу, потрібно негайно ж перевірити, чи правильно працює пальник і чи немає витоку газу з неї; чи справна гумова трубка, що сполучає пальник з газовим краном, і чи не проходить газ через які-небудь пошкодження її

(тріщини, розриви і ін.), що можна встановити, зануривши неглибоко гумову трубку у воду в той час, коли пальник горить; чи немає витоків газу з газового крана, що буде помітно, якщо кран змочити мильною водою. Якщо кран пропускає газ, утворюються міхури; витік газу через кран можна також встановити, підносячи засвічений сірник до закритого газового крана: у місці витоків газ спалахує.

У разі виявлення несправності гумової трубки пальник гасять, трубку міняють або вирізують пошкоджений шматок її і сполучають кінці гумової трубки за допомогою скляної відповідного розміру. Якщо виявлена несправність газового крана, для ремонту потрібно негайно викликати майстра-фахівця.

Інші засоби нагрівання

У деяких лабораторіях відсутнє підведення природного газу. У таких випадках користуються спиртівками (мал. 91).



Мал. 91. Спиртівка

А також застосовують так звані карбюратори — апарати, що проводять карбюрований газ, тобто повітря, насичене парами вуглеводнів, частіше за все бензину. Карбюратори встановлюють в окремому, пов'язаному з лабораторією приміщенні. Проте значно простіше і зручніше користуватися стислим газом, який застосовується в якості пального, наприклад для автомобілів, а також в побуті.

Балон стислого газу краще всього встановити, як і карбюратор, в окремому прибудованому до лабораторії кам'яному приміщенні і від нього зробити розводку до лабораторних столів, витяжним шафам і ін. Застосування газових балонів з горючим газом особливо зручно для невеликих лабораторій. У міру витрачання газу балон замінюють новим. Тому, щоб забезпечити безперебійну роботу лабораторії, потрібно мати

подвійну від необхідного кількість балонів з горючим газом, щоб можна було швидко замінити спорожнілий балон новим.

У польових умовах можна користуватися іншими засобами нагрівання. З них найважливішими і найбільш зручними є: сухий спирт, твердий бензин, стислий пропан в балонах або уротропін (пігулки його відомі у продажу під назвою «Гексан»).

При використанні твердого пального для нагрівання в хімічному посуді слід застосовувати підставки типу укорочених треног. Тверде пальне кладуть на цеглину, який-небудь камінь або на металеву підставку, але тільки не на дерево і не на інший горючий матеріал.

Тверде пальне запалюють сірником, воно вигоряє майже без залишку і легко гаситься просто задуванням або накриттям якою-небудь металевою кришкою.

Для короткочасного нагрівання, протягом декількох хвилин, придатні пігулки уротропіну. Кожна така пігулка горить близько трьох хвилин.

5. МАТЕРІАЛИ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Що таке щільність речовини?
2. Як вимірюється щільність рідини?
3. Що таке ареометри? Які види ареометрів Ви знаєте??
4. Що таке температура плавлення?
5. Як міряти температуру плавлення речовини?
6. Що таке температура кипіння?
7. Як міряти температуру кипіння речовини?
8. Що таке термометри? Які види термометрів Ви знаєте?
9. Що таке хімічний холодильник? Які види холодильників Ви знаєте?
10. Які види бані використовуються в хімічній лабораторії?

ЗАНЯТТЯ № 6,7

1.ТЕМА. Ваги, їх види, будова та техніка зважування

2.АКТУАЛЬНІСТЬ ТЕМИ: Ваговий аналіз - це найбільш вивчений метод кількісного аналізу. Він відомий з того часу, коли виникла аналітична хімія, і є основним методом визначення відносних атомних мас елементів. За допомогою цього аналізу встановлено хімічний склад більшості речовин, його використовують для визначення чистоти речовин. Ваговий метод аналізу має ряд недоліків, основний з яких - велика витрата часу на виконання дослідження

Ваги є найважливішим приладом в хімічній лабораторії, оскільки практично жодна робота в ній не обходиться без визначення маси тієї або іншої речовини або тари, в яку поміщають речовину для зважування.

3.МЕТА ЗАНЯТТЯ: Ознайомитися з видами вагів. Вивчити лабораторний інструментарій для зважування. Навчитися користуватися різними видами вагів.

4.ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ ПІД ЧАС ПІДГОТОВКИ ТА ПРОВЕДЕННЯ ЗАНЯТТЯ.

4.1. ТЕОРЕТИЧНІ ПИТАННЯ ДО ЗАНЯТТЯ

- 1) Ознайомлення з обладнанням вагової кімнати.
- 2) Ваги, їх види, призначення, будова та встановлення.
- 3) Ваги для грубого й точного зважування; аналітичні та спеціальні ваги, догляд за ними.
- 4) Важки, правила користування ними.
- 5) Техніка зважування предмета й наважки на аптечних, технохімічних, торсійних і лабораторних рівноплечих та інших вагах.

Інформаційний матеріал

ВАГИ І ЗВАЖУВАННЯ

Зважуванням називають порівняння маси даного тіла з масою гирь, маса яких відома і виражена в певних одиницях (міліграм, грам, кілограм та ін.).

Залежно від точності, з якою проводять зважування, терези розділяють на наступні групи:

- 1) ваги для грубого зважування (точність до грамів);
- 2) ваги для точного зважування (точність від 1 до 10 мг);
- 3) ваги аналітичні:
 - а) звичайні (точність до 0,1—0,2 міліграма);
 - б) напів-мікрохімічні (точність до 0,01—0,02 міліграма);
 - в) мікрохімічні (точність до 0,001 міліграма);
 - г) ультрамікрохімічні (точність до 10^{-6} — 10^{-9} міліграма);
- 4) ваги спеціальні (центрифужні, торсійні і ін.).



Мал. 92. Ручні, або аптечні ваги.



Мал.93. Технохімічні ваги.

Кожна з цих груп розділяється на підгрупи залежно від конструктивних особливостей вагів.

Кожні ваги мають свій важок, тобто набір гирь. На кожній гирці важка позначена її маса, причому ця маса носить назву номінальної. Дійсна маса зазвичай не дорівнює номінальній. Для важка аналітичних вагів це відхилення виражається в десятих, а іноді в сотих долях міліграма і не відбивається на точності зважування. Але чим менше гиря, тим більше її відносна неточність.

У важках до вагів, що грубіші за аналітичні, відносне відхилення гирь може бути значнішим. Величина відхилення номінальної маси від істинної характеризує точність важка.

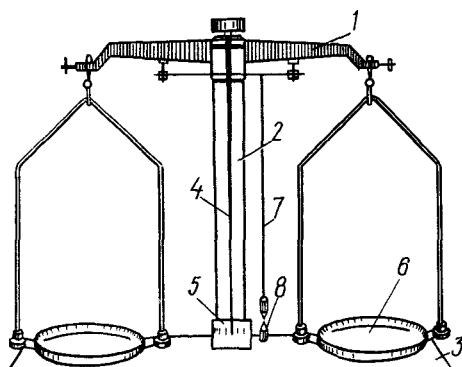
Гирі важка необхідно періодично перевіряти і таврувати.

ВАГИ ДЛЯ ТОЧНОГО ЗВАЖУВАННЯ

Ваги для точного зважування дають можливість зважувати з точністю до 10 міліграмів і рідше — до 1 міліграма. Є багато типів вагів для точного зважування як двоплечих, так і одноплечих.

Простим типом вагів для точного зважування є ручні, або аптечні (мал.92). Гранична наважка ручних вагів може бути різною і досягає 100 г.

Для точного зважування застосовують різноманітні так звані технохімічні або технічні ваги (маю 93). Технохімічні ваги досконаліші ручних, і на них можна зважувати з точністю до 0,01 г. На відміну від вагів для грубого зважування, у вагів для точного зважування є так званий аретирний пристрій і гайки балансування (мал.94). За допомогою аретирного пристрою найважливіші частини вагів — призми коромисла і подушки — в неробочому положенні відділяються і не торкаються майданчиків. Це оберігає призму від зношення, а ваги — від втрати чутливості. При зважуванні поворотом ручки аретира ваги приводять в робоче положення.



Мал. 94. Технохімічні ваги:

1 — коромисло, 2 — колонка, 3 — підставка; 4 — стрілка; 5 — шкала; 6 — шалька, 7 — висок; 8 — стріжень; 9 — рукоятка.

Технохімічні ваги мають коромисло 1, яке своєю середньою призмою спирається на дві підставки, вмонтовані на вершечку циліндричного стержня, що міститься всередині поздовжнього каналу колонки 2. Посередині до

коромисла прикріплена стрілка 4, положення якої фіксується шкалою 5. На бокові призми коромисла підвішено по «сережці». З «сережки» вниз опущений кусок дроту, що утримує шальку 6. До колонки на нитці прикріплено загострений знизу висок 7. Якщо цей висок збігається з гострим кінцем закріпленого під ним стріжня 8, це свідчить про вертикальне положення колонки 2. Підставка 3 вагів встановлюється на три ніжки, одна з яких закріплена посередині підставки ззаду (на малюнку не видно), а дві — спереду, з боків підставки. Кожна передня ніжка може загвинчуватися в гайку, закріплену до підставки знизу. Обертанням передніх ніжок встановлюють у вертикальне положення колонку 2. Посередині знизу до підставки пригвинчені дві муфти з валиком. На передньому кінці валика прикріплено ручку 9, а на задньому — ексцентричний невеликий циліндр (на малюнку не видно), на який спирається нижнім кінцем рухомий стрижень, що знаходиться всередині колонки. Поворотом ручки циліндр повертається і піднімає стрижень; при цьому коромисло підвішується призмою і приходять в робочий стан; коли ж стрижень опускається, коромисло спирається на виступи колонки і приходять в неробочий стан.

Перед зважуванням перевіряють правильність стану вагів. Вертикальне положення терезів (колонки 2) встановлюють обертанням передніх ніжок підставки так, щоб кінчик виска 7 співпав з кінчиком гострого стріжня 8. Потім обертанням ручки 9 приводять ваги в робочий стан і слідкують за коливаннями стрілки 4. Відхилення стрілки від середини шкали 5 не повинно перевищувати однієї поділки в один з боків.

При правильному встановленні вагів вістря рівня повинне збігатися з вершиною конуса, що знаходиться у підніжки колонки. У деяких типів вагів замість рівнів є рідинні рівні з бульбашкою повітря.

Якщо при опусканні аретиру ваги не знаходитимуться в рівновазі, застосовують гайки балансування.

Точні ваги (окрім ручних) встановлюють стаціонарно, у визначеному місці лабораторії, строго за рівнем, з дотриманням правил, вказаних в інструкції до них.

При встановленні рівноваги вагів, а також у процесі зважування необхідно суворо дотримуватися таких правил:

1. Ваги приводять в робочий стан тільки в одному випадку — для перевірки рівноваги шальок. Будь-який дотик до рухомих частин вагів в робочому стані заборонений. Переміщення зважуваних предметів, гирок тощо проводять тільки тоді, коли ваги приведені в неробочий стан, тобто аретовані.

2. Впевнившись у правильному положенні вагів, на їх ліву шальку кладуть зважуваний предмет, а на праву — гирки. Знімаючи і ставлячи гирки в порядку зменшення їх маси, встановлюють рівновагу гирок із зважуваним предметом.

3. Кожна гирка має своє місце в ящичку (важок), яке ні в якому разі не можна міняти, як не можна перекладати гирки з одного ящичка в інший (мал.95). Переміщують гирки тільки пінцетом. Брати їх руками категорично забороняється.



Мал. 95. Точний важок

4. Всі зважування в одній роботі проводять на одних і тих самих вагах і користуються одним набором гирок.

5. Сипучі і рідкі речовини для зважування вміщують у заздалегідь зважений посуд (годинникове скло, бюкс і т.п.). Зважувану речовину не дозволяється розміщувати безпосередньо на шальках вагів.

6. Предмети, які зважують, повинні мати кімнатну температуру.

7. Кожні ваги розраховані на певне навантаження, вище якого їх навантажувати не можна, бо вони можуть зіпсуватися. Межа навантаження звичайно зазначається штампом на коромислі вагів.

Точний важок. Для зважування на технохімічних вагах застосовують точний важок (мал. 95). Він є набором гирь, розташованих в певному порядку в гніздах дерев'яного ящика, що має кришку. Гирі грамів точного важка здебільшого нікельовані, але зустрічаються і фарфорові. Найкрупніша гиря в такому важку має масу 500 г. Окрім гирь грамів, у важку є гирі міліграмів у вигляді пластинок з алюмінію, нейзильберу або нікелю. Для зручності розпізнавання гирі роблять різної форми: п'ятисот- і п'ятдесятиміліграмові — шестигранні; двохсот- і двадцятиміліграмові — прямокутні, сто- і десятиміліграмові — трикутні.

Кожна міліграмова гирка має заломлений краєчок, або вушко, за який беруть її пінцетом, коли кладуть на терези або знімають з них. На кожній гирці виставлене число, що позначає масу гирі в міліграмах: 500, 200, 100, 50, 10 і рідше 5, 2 і 1.

Набір гирок для технохімічних терезів приблизно такий: 200, 200, 100, 50, 20, 20, 10, 5, 2, 2 і 1 г; 500, 200, 200, 100, 50, 20, 20, 10 мг. Даним набором гирок можна зважити масу від 0,01 г до 600 г.

Щоб дрібні гирки легко було відрізнити за виглядом, їм надають певної форми. Так, гирки масою 0,5 і 0,05 г мають форму шестикутника, гирки масою 0,2 і 0,02 г — у вигляді квадрата, а гирки масою 0,1 г та 0,01 г — у вигляді трикутника.

Масу зважених речовин звичайно виражають у грамах. Наприклад, 25 г і 620 мг записують так: 25,620 г.

Технохімічні ваги (особливо призми, подушки для них, а також шальки) слід час від часу очищати. На багатьох технохімічних вагах сережки, стремена і шальки пронумеровані одним і тим же номером. При збірці таких вагів деталі з однаковими номерами потрібно сполучати одну з одною. Якщо, наприклад, на одному кінці коромисла встановлена цифра «1», то на цей

кінець слід надіти серезку, стремено і шальку з тим же номером. Потрібно також стежити, щоб гвинти балансування, розташовані на обох кінцях коромисла, не були зігнуті і легко переміщувались по нарізці. Гвинт, що прикріплює стрілку вагів до коромисла, має бути закрученим повністю.

Зважування. Зважування на технохімічних вагах складніше, ніж на вагах для грубого зважування. Перш за все, слід переконатися, що ваги працюють правильно.

Технохімічні ваги, так само як і аналітичні, мають так зване аретирне пристосування або аретир.

Перед зважуванням перевіряють, чи правильно по рівню встановлені ваги, і за допомогою настановних ніжок-гвинтів добиваються правильної їх установки. Після цього опускають аретиром коромисло вагів і спостерігають коливання стрілки за нижньою шкалою. Якщо стрілка при коливанні відхиляється від нуля на одне і те ж число поділок праворуч і ліворуч, терезами можна користуватися. Якщо ж стрілка відхиляється від нуля в один бік більше, ніж в інший, потрібно подивитися чи немає на шальках вагів яких-небудь забруднень, чи чисті призми і гнізда для них. Якщо ж і після усунення цих недоліків стрілка відхилятиметься в один бік більше, ніж в інший, потрібно за допомогою гайок балансувань добитися рівномірного коливання стрілки, або, як кажуть, встановити ваги на нуль.

Проте і за умови, що ваги не встановлені на нуль, можна провести точне зважування. Для цього на праву чашку вагів поміщають зважуваний предмет, на ліву — гирі до встановлення вагів на нуль. Після цього зважуваний предмет переносять на ліву чашку, гирі — на праву. При цьому одна з чашок переважуватиме іншу; додаючи або знімаючи гирки, знову врівноважують ваги. Дійсна маса тіла дорівнює середньому арифметичному між результатами цих двох зважувань. Такий прийом називається способом подвійного зважування.

Після закінчення зважування з шальок вагів знімають зважуваний предмет і негайно ж прибирають гирі, укладаючи їх в установленому порядку

у футляр. Сказане відноситься як до грубих, так і до технохімічних і особливо аналітичних вагів.

При інвентаризації вагів категорично забороняється ставити номери на коромислі і на чашках, що іноді роблять недосвідчені працівники.

АНАЛІТИЧНІ ВАГИ

Ваги для аналітичних робіт розділяють на 1-й і 2-й класи точності; за конструкцією — на ваги періодичного гойдання і аперіодичні, або демпферні.

За системою навантаження дрібною гиркою аналітичні ваги, окрім звичайних, бувають з ланцюжком, напівавтоматичні і автоматичні.

Аналітичні ваги — чутливий вимірювальний прилад для визначення маси речовин з точністю до 0,0001 г. Ця точність необхідна для проведення кількісного аналізу.

Звичайні аналітичні ваги за принципом дії є рівноплечим важелем першого виду.

Зважування на аналітичних терезах.

Зважування на аналітичних вагах — відповідальна робота, оскільки знайдені маси є початковими даними і похибка зважування може призвести до неправильних результатів аналізу.

При кожному зважуванні перш за все потрібно подивитися, чи правильно встановлені аналітичні ваги. Після цього проводять спостереження за показами вагів; воно полягає у відліку за шкалою, що розташована в нижній частині колонки вагів, крайніх положень рухомої стрілки. По коливаннях її обчислюють те середнє положення стрілки, яке вона зайняла, коли терези прийшли в стан спокою.

При відліку коливань стрілки вагів можна обмежитися спостереженням трьох крайніх зупинок, причому перші два-три відхилення, після того, як аретир відкритий, не беруть до уваги. При відліку положення стрілки крайню праву поділку шкали приймають за нульову; проміжки між поділками

відлічують на око з точністю до десятої частки поділки, що цілком можливо, особливо якщо спостереження вести з лупою.

Перед зважуванням потрібно також перевірити, чи мають ваги плавний хід, тобто чи плавно коливається стрілка при повільному і спокійному опусканні аретиру. Часто виявляється, що при опусканні аретиру стріла різко відхиляється в яку-небудь одну сторону; в більшості випадків це пов'язано із забрудненням вагів. Користуватися такими вагами незручно, і їх потрібно віддати для чищення фахівцеві.

При зважуванні відкривають бічні дверцята, не піднімаючи передніх. Відкривати дверцята і закривати їх можна тільки під час аретирування вагів. Під час зважування всі дверцята мають бути закриті.

Зважуваний предмет слід класти на ліву шалькуку вагів, гирки — на праву. Тому важок повинен завжди знаходитися з правого боку вагів. Як зважуваний предмет, так і гирі з важка слід поміщати на середину шальки. Зважувати які-небудь речовини або предмети можна, тільки коли вони мають температуру, однакову з температурою вагів. Тому зважуваний предмет, перш ніж ставити на шальку терезів, слід витримувати у ваговій кімнаті біля вагів (зазвичай в ексікаторі) 20—30 хв. Якщо цього не зробити, може вийти значна похибка при зважуванні.



Мал. 96. Бюкси для зважування

Зважувати на аналітичних вагах наважки важчі, ніж допускає граничне навантаження вагів (зазвичай рівне 200 грамам), категорично забороняється.

При відліку коливань вагів стрілка не повинна відхилятися більш ніж на 5—6 поділок від середнього положення.

При зважуванні на аналітичних вагах зважувана речовина обов'язково

повинна знаходитися в якій-небудь тарі: годинниковому склі, стакані, тиглі, бюксі (мал. 96), чашці Петрі чи Коха. Маса тари має бути заздалегідь визначена на аналітичних вагах (тобто з точністю до четвертого десятичного знаку).

Перш ніж поставити на шальку вагів який-небудь предмет, наприклад колбу, стакан і т. п., їх слід добре витерти чистим сухим рушником, стежачи за тим, щоб на денцях, що торкатимуться до шальки, не залишалися ніяких забруднень.

Пористі і порошкоподібні речовини, висушені при нагріванні або в ексикаторі, потрібно зважувати в закритому посуді (бюксах). Слід пам'ятати, що тверде тіло, подрібнене до тонкого порошку, дуже легко адсорбує вологу з повітря, а це завжди може відбитися на результатах зважування.

Всі летючі речовини, особливо такі, пари яких діють на метали (кислоти, йод і ін.), а також всі рідини зважують на аналітичних вагах тільки в закритому посуді: бюксах, колбах з притертими корками і т.п.

Напівавтоматичні ваги

Всі системи напівавтоматичних вагів забезпечені пристосуваннями для механічного навантаження гирь. Є ваги з кнопковим управлінням навантаження, з лімбами, з ланцюжком і ін. У лабораторіях найчастіше зустрічаються напівавтоматичні ваги з ланцюжком і з лімбами (мал. 97).



Мал. 97. Напівавтоматичні ваги

Автоматичні ваги для швидкого зважування (експресне зважування)

Сучасні моделі аналітичних вагів є одноплечими електромагнітними автоматичними вагами системи Меттлера. Вони бувають декількох типів:

аналітичні вантажопідйомністю до 200 грамів з точністю зважування до 0,1 міліграма, напівмікрохімічні, вантажопідйомністю до 100 грамів і точністю до 0,01 міліграма, мікрохімічні вантажопідйомністю до 20 грамів і точністю до 0,001 міліграма та ін.

Ваги вимагають спеціального юстирування і мають велику масу. Операція зважування на таких вагах дуже проста і займає не більше 15 сек. Зважуваний предмет розміщують на шальці вагзів, закривають дверцята, включають ваги і через 10—15 сек на шкалі вагів з'являються цифри, що вказують масу зважуваного тіла.

Мікрохімічні ваги

Мікрохімічні ваги призначені для різноманітних мікрохімічних досліджень; при невеликій вантажопідйомності, зазвичай в 20 і 30 грамів, відзначаються точністю до 10^{-6} грама або 0,001 міліграма (1 мкг).

Подібно до звичайних аналітичних, мікрохімічні ваги бувають періодичні або такі, що вільно коливаються; аперіодичні з повітряним гальмуванням і одноплечі електромагнітні з противагою для швидкого зважування.

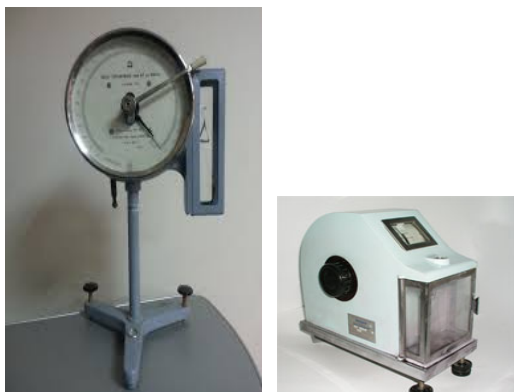
Торсійні або пружинні ваги

Ці ваги за своїм устроєм відрізняються від аналітичних за конструкцією і принципом дії. Зважування на них проводиться також дуже швидко і достатньо точно. Вони відрізняються від квадрантних вагів тим, що шалька поміщена у вітрину, як в аналітичних вагах. Торсійні ваги забезпечені аретирним пристосуванням. Їх застосовують для визначення маси дуже малих кількостей різних матеріалів.

Торсійні ваги бувають двох типів: з нерухомою шкалою циферблату і рухомою стрілкою (мал. 98) і з рухомою шкалою і нерухомою стрілкою. Ваги встановлюють по рівню, який знаходиться на одній з ніжок.

Торсійні ваги виготовляються для двох граничних навантажень: 1) до 20 міліграмів з найменшою поділкою шкали в 0,02 міліграма і 2) до 100 міліграмів з найменшою поділкою шкали в 0,1 міліграма.

Для постійного контролю торсійних вагів їх забезпечують набором точних, перевірених гирь.



Мал. 98. Ваги торсійні, пружинні

1 - шкала; 2 - ручка; 3 - вказівна стрілка; 4 - контрольна риска; 5 - ручка аретира;

6 - головка регулятора; 7 - футляр для шальки; 8 - рівень; 9 - настановний гвинт.

4.2. ПРАКТИЧНІ РОБОТИ, ЯКІ ВИКОНУЮТЬСЯ НА ЗАНЯТТІ

Протокол № 7

Дата

7.1. Визначення натрію в хлориді натрію.

Принцип методу:

Суть вагового методу визначення хлориду натрію полягає в тому, що беруть розчин невідомої концентрації, прожарюють його, зважують осад і роблять розрахунки.

Хід роботи:

Беруть пустий чистий тигель. Зважують його на технохімічних вагах. Покази вагів записують.

Відмірюють скляною піпеткою 1 мл розчину натрію хлориду зазначеної концентрації і наливають його у тигель. Тигель з розчином зважують на технохімічних вагах. Покази вагів фіксують.

Тигель з розчином розміщують у муфельній печі і вижарюють розчинник. Виймають тигель та залишають його для охолодження у витяжній шафі. Після того, як тигель охолоне до кімнатної температури, його зважують на

технохімічних вагах.

По ваговій формі осаду розраховують результати аналізу.

Масову частку натрію розраховують за формулою:

$$W_{\text{Na}} = \frac{2A_{\text{Na}} \cdot B}{M_{\text{NaCl}} \cdot q} \cdot 100\%,$$

де A_{Na} - відносна атомна маса натрію у грамах; M_{NaCl} - відносна молекулярна маса вагової форми у грамах; B - маса осаду вагової форми у грамах; q - наважка NaCl у грамах, яку треба брати для приготування розчину такої концентрації.

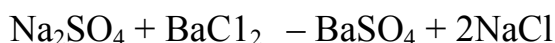
Розрахунки:

Висновки:

7.2. Визначення сульфатів у вигляді сульфату барію

Принцип методу:

Одним з методів визначення сірки є ваговий метод, при якому сірку переводять в кристалічний осад сульфату барію. Суть методу полягає в тому, що аніони SO_4^{2-} за допомогою розчинних солей барію осаджують у вигляді сульфату барію:



Сульфат барію не повністю відповідає вимогам, що висуваються до осадів у ваговому аналізі (розчинність BaSO_4 - 2,3 мг/л). Але розчинність осаду можна зменшити дією однойменних іонів. Необхідний для цього надлишок однойменних іонів барію можна розрахувати, виходячи з величини розчинності сульфату барію.

Для приготування осаджуючого розчину на технічних вагах зважують 2 грами хлориду барію, розчиняючи його в 50 мл води.

Хід роботи.

Сульфат-іони осаджують у вигляді кристалічного осаду. Для аналізу

беруть наважку рівну 0,01 еквівалентної маси сульфату. На аналітичних вагах зважують 0,7 - 0,8 грама сульфату натрію з точністю до 0,0001 грама і розчиняють в 100 мл води. Якщо в освітленому розчині спостерігається муть механічних домішок, його фільтрують, додають 2-3 краплі розчину метилового оранжевого і по краплях концентровану соляну кислоту, поки забарвлення індикатора не змінюється на червоне. Після цього ще додають 1 мл кислоти.

Дослідні розчини сульфату і хлориду барію нагрівають до кипіння і поволі, по краплях додають до розчину сульфату розчин хлориду барію, до тих пір, поки не додадуть 2/3 осаджуючого розчину, залишок якого виливають відразу.

Стакан з осадом закривають папером і залишають відстоюватися 2-2,5 години. Перевіряють повноту осадження у окремій пробірці до прозорості розчину над осадом, додаючи декілька крапель хлориду барію. Якщо повноти осадження не досягнуто, то розчин з осадом нагрівають, додають 1 г хлориду барію, розчиненого в 20 мл води, і вміст стакана знову відстоюють.

Осад після відстоювання фільтрують крізь щільний фільтр з синьою стрічкою і промивають його на фільтрі 2-3 рази малими порціями холодної води. У промивних водах перевіряють присутність іонів хлора або барію, щоб переконатися в чистоті промивання. Осад разом з фільтром висушують в сушильній шафі, переносять в зважений тигель, фільтр спалюють і осад прожарюють при температурі 750-800°C протягом 30 хв (при вищій температурі може відбутися термічна дисоціація сульфату барію). Тигель охолоджують в ексікаторі і зважують на аналітичних вагах. По знайденій масі сульфату барію обчислюють масову частку сульфату.

$$W_{\text{SO}_4^{2-}} = \frac{Mr \text{ SO}_4^{2-} \cdot B}{Mr \text{ BaSO}_4 \cdot q} \cdot 100\%$$

де $Mr \text{ SO}_4^{2-}$ - і $Mr \text{ BaSO}_4$ — відповідно відносні молекулярні маси сульфат-іона і сульфату барію, B — маса осаду вагової форми в грамах, q — наважка в грамах.

5. МАТЕРІАЛИ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Як влаштовані технохімічні ваги?
2. Як правильно зважувати на технохімічних вагах?
3. Що таке важок? Як правильно зберігати і використовувати гирки?
4. Як зважуються летючі і хімічноактивні речовини?
5. Як влаштовані аналітичні ваги?
6. Як правильно зважувати на аналітичних вагах?
7. Як влаштовані торсіонні ваги?
8. Як правильно зважувати на торсіонних вагах?
9. Чим відрізняються демпферні ваги від аналітичних?
10. Чому аналітичні ваги краще встановлювати в окремій кімнаті на мармуровій дошці?
11. Чому не можна брати руками гирки?
12. Яким вимогам повинен відповідати осад, що утворився в результаті реакції осадження, для визначення того або іншого іона гравіметричним методом?
13. Якими чинниками визначаються умови осадження в гравіметричному аналізі?

ЗАНЯТТЯ № 8

1.ТЕМА: Реактиви. Очищення реактивів. Фільтрування. Екстракція. Центрифугування.

2.АКТУАЛЬНІСТЬ ТЕМИ: У лабораторній практиці дуже часто доводиться вдаватися до операції механічного розподілу твердих і рідких компонентів суміші. Цю операцію найчастіше здійснюють шляхом фільтрування.

Окрім фільтрування, розподілити суміші рідких і твердих речовин можливо також шляхом центрифугування, тобто розподіл речовин в приладах, що називають центрифугами.

Для видалення розчинниками із суміші того або іншого компоненту використовують метод екстракції.

3.МЕТА ЗАНЯТТЯ: Ознайомитися з методами розподілу речовин. Вивчити види фільтрування, види фільтрів і правила фільтрування. Ознайомитися з принципом методу екстракції речовин з суміші. Ознайомитися з принципом методу центрифугування, вивчити правила користування лабораторною центрифугою. Вивчити види центрифуг. Набути практичних навичок розподілу речовин з суміші методами фільтрування, екстракції і центрифугування.

4.ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ ПІД ЧАС ПІДГОТОВКИ ТА ПРОВЕДЕННЯ ЗАНЯТТЯ.

4.1. ТЕОРЕТИЧНІ ПИТАННЯ ДО ЗАНЯТТЯ

1. Фільтрування, загальні поняття, впливи різних чинників (в'язкість, температура, тиск тощо) на швидкість фільтрування.

- 1) Фільтрувальні матеріали.
- 2) Паперові фільтри (звичайні та беззольні).
- 3) Фільтри прості й складчасті, їх приготування та застосування.
- 4) Фільтрування за звичайних умов.
- 5) Промивання осадів декантацією, перенесенням осаду на фільтр, промиванням осаду на фільтрі.
- 6) Фільтрування під тиском і при нагріванні.

2. Методи очищення реактивів.

- 1) Очищення солей методом перекристалізації.
- 2) Очищення речовин методом сублімації (йод, амонію хлорид, сульфосаліцилова кислота).
- 3) Очищення органічних речовин.
- 4) Висушування речовин.
- 5) Очищення рідин методом перегонки або дистиляції.
- 6) Дистильована вода, її добування та зберігання.

- 7) Бідистилята, її застосування.
 - 8) Дистилятор, його призначення, будова, підготовка до роботи.
 - 9) Порядок вмикання та вимикання з електро- і водопостачальної мережі.
 - 10) Очищення органічних речовин методом зневоднення або абсолютування (етилового спирту за допомогою зневоднення міді сульфату) під час очищення речовин.
3. Центрифугування.
Центрифуга, її призначення, будова, правила роботи з нею.
 4. Екстракція: загальні поняття, суть, впливи різних чинників на швидкість екстракції.
 5. Ділільні лійки.

Інформаційний матеріал

Фільтрування

Суть фільтрування полягає в тому, що рідину з частками твердої речовини, що знаходяться в ній, пропускають через пористу перетинку. Наявні в перетинці пори або отвори настільки малі, що через них тверді частинки не проходять, рідина ж проходить легко. Ця перетинка, яка затримує тверді тіла, називається фільтром. Здатність затримувати тверді частинки різного розміру і продуктивність фільтру (кількість рідини, яка може бути відокремлена через фільтр в одиницю часу) знаходяться в прямій залежності від величини пор. При фільтруванні на фільтрі відкладається осад, який як би зменшує величину пор і разом з тим сам грає роль фільтру, створюючи щільний шар. У лабораторній практиці нерідко бувають випадки, коли фільтрат (рідина, що пройшла крізь фільтр) все ще залишається каламутним і стає прозорим лише при повторному або неодноразовому пропусканні через один і той же фільтр.

В окремому випадку до фільтрування можна віднести процес віджимання, коли від твердої речовини, що становить головну частину суміші, необхідно відокремити рідину (багато твердої частини — мало рідкої).

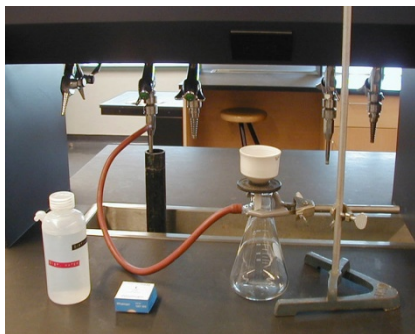
Одним з найважливіших чинників, що впливають на фільтрування, є в'язкість: чим вища в'язкість розчину або рідини, тим важче його фільтрувати.

На в'язкість рідини великий вплив має температура: чим нижче температура, тим вище в'язкість. Це добре помітно на в'язких мінеральних оліях, які при нагріванні стають легкотекучими і фільтруються досить добре.

Багато речовин при звичайній температурі мають настільки високу в'язкість, що фільтрувати їх неможливо; прикладом можуть служити деякі розчини желатину і агар-агару, які при кімнатній температурі створюють гелі (холодці). При нагріванні ці холодці стають рідкими і легше фільтруються.

Таким чином, температура має великий вплив на швидкість фільтрування. Цим часто користуються в лабораторній практиці, і в описі багатьох методик можна знайти вказівку, що «розчин повинен фільтруватися гарячим».

Іншим важливим чинником, що впливає на швидкість фільтрування, є тиск, під яким рідина проходить через фільтр (мал.99). Чим тиск вищий, тим швидше фільтрується рідина. Тому часто фільтрують під вакуумом або під тиском.



Мал. 99. Установка для фільтрування під тиском

При звичайному фільтруванні рідина проходить через фільтр під тиском тільки невеликого стовпа рідини, що знаходиться над фільтром. У разі ж фільтрування під вакуумом рідина проходить через фільтр під тиском майже в 1 атм.

Проте підвищення тиску не у всіх випадках прискорює фільтрування. При фільтруванні під тиском геліподібних осадів процес спочатку йде

швидко, потім все більше і більше сповільнюється і, нарешті, майже припиняється. Під дією підвищеного тиску осад щільно притискається до фільтру і пори останнього забиваються. Продовжувати фільтрування при цьому марно. У подібних випадках краще фільтрувати при звичайному тиску, не зважаючи на те, що на це піде багато часу.

Великий вплив на процес фільтрування має величина частинок твердої речовини, що знаходиться в рідині. Якщо розмір частинок перевищує розмір пор фільтру (частинки, діаметр яких менше 0,1 мк (1 мк = 0,001 мм), але більше, ніж 1 ммк (1 ммк == 0,001 мк)), фільтрування йде легко. Але по мірі наближення розміру частинок до розмірів пор фільтру процес фільтрування уповільнюється і може навіть припинитися зовсім. Коли розмір частинок твердого тіла менше розміру пор, відфільтрувати суспензію не вдається.

Частинки колоїдних розчинів абсолютно неможливо відокремити від рідини звичайним фільтруванням. У подібних випадках прагнуть збільшити розмір частинок, коагулювати їх, що часто досягається шляхом кип'ятіння. Багато колоїдів при високій температурі утворюють крупні пластівці, які легко затримуються фільтром. Іноді цього ж ефекту можна досягти і на холоді, застосовуючи які-небудь електроліти-коагулянти, наприклад багатозарядні іони важких металів. Проте, так поступати можна тільки у тому випадку, коли електроліт, що вводиться, не заважатиме подальшій обробці фільтрату або осаду.

Для фільтрування колоїдних розчинів застосовують також ультрафільтри або ультратонкі фільтри.

При фільтруванні іноді необхідно враховувати адсорбційні явища. Деякі речовини (наприклад, фарбники) дуже помітно адсорбуються фільтрами, особливо фільтрувальним папером і целюлозною масою, що використовується як фільтр.

Утруднено фільтрування білкових і слизистих речовин. Фільтри із звичайного фільтрувального паперу для них не придатні. Якщо осад для роботи не потрібний і якщо середовище не лужне, прискорити процес

фільтрування можна шляхом додавання дрібного кварцевого піску і тому подібних матеріалів, які насипають в рідину, що підлягає фільтруванню. Перед фільтруванням рідину слід добре збовтати і вилити на фільтр, весь час струшуючи посуд з фільтрованою рідиною. При фільтруванні білків і слизів краще всього застосовувати шар целюлозної маси.

Фільтрувати можна не тільки водні або неводні розчини, але і розплави. Багато речовин при нормальній температурі мають тверду консистенцію (наприклад, віск, парафін і ін.). Для очищення їх від механічних домішок користуються фільтруванням розплаву, проводячи цю операцію при дотриманні певних умов. У подібних випадках істотне значення має вибір матеріалу, що фільтрується.

ФІЛЬТРУВАЛЬНІ МАТЕРІАЛИ

Фільтрувальні матеріали, що використовують в лабораторній практиці, можуть бути розділені за фізичними властивостями на два класи: сипкі і пористі.

Крім того, фільтрувальні матеріали розділяються за хімічним складом на неорганічні органічні.

До першого класу відноситься, наприклад, кварцевий пісок. Він може мати різну величину зерен. Від цього залежить як швидкість фільтрування, так і ефект, що досягається при цьому. Чим більше зерно піску, тим більше продуктивність фільтру і разом з тим менше його затримуюча здатність. Фільтр затримуватиме тільки великі частки, дрібні ж прохідимуть через нього, не затримуючись.

У багатьох випадках застосовують пористі матеріали (неглазуровані фарфорові фільтрувальні тиглі і фарфорові пластинки, пресоване скло, пластинки з пресованих окислів деяких металів, керамічні фільтри і ін.).

Неорганічні фільтруючі матеріали особливо придатні для фільтрування рідких речовин і розчинів, нагрітих до температур, що перевищують 100°C.

Найбільшим розповсюдженні в лабораторній практиці фільтрувальний папір, целюозна маса, азбест, волокнисті матеріали (тканини), змішані фільтри, пресоване скло, обпалена глина, фарфор і ін.

Вибір фільтруючого матеріалу залежить як від чистоти розчину, так і від його властивостей. Для фільтрів не можна застосовувати такі матеріали, на які фільтрована рідина може яку-небудь подіяти. Так, луги, особливо концентровані, не можна фільтрувати через фільтр з пресованого скла і взагалі матеріалів, що містять двоокис кремнію, оскільки ця речовина розчинятиметься в лузі і забруднюватиме її. Серед неорганічних фільтруючих матеріалів є такі, які придатні для фільтрування дуже агресивних рідин навіть при високій температурі, наприклад фільтри з глинозему, з окислу цирконію, з окислу торію і ін.

Фільтрувальний папір відрізняється від звичайного тим, що він не проклеєний, чистіший по складу і волокнистий. Остання обставина і обумовлює його фільтруючу здатність.



Мал. 100. Фільтрувальний папір

Фільтрувальний папір часто продають в пачках по 100 штук (мал. 100), вже нарізаний колами різного діаметру (5,5; 7; 9; 11; 12,5 і 15 см), відповідно розміру лійок.

Нижче вказується, якого діаметру слід брати готові круглі фільтри залежно від діаметру лійки:

Верхній діаметр лійки: 35; 45; 55; 70; 80; 100; 150; 200 мм.

Відповідний діаметр фільтру: 55; 70; 90; 110; 125; 150; 240; 320 мм .

Розрізняють паперові фільтри звичайні і беззольні. На кожній пачці вказується маса золи фільтру. Якщо після коми стоять чотири нулі, такий

фільтрувальний папір вважається за беззольний. Наприклад, якщо на пачці помічено, що «маса золи одного фільтру = 0,00007 грама», вважають, що фільтр беззольний, оскільки при зважуванні на аналітичних вагах така маса золи не позначиться на результатах зважування. Якщо ж на пачці буде вказано, що «маса золи одного фільтру = 0,0003 грама» — це буде звичайний фільтрувальний папір. Готові фільтри розрізняють також за *щільністю фільтрувального паперу*. Ця відмінність визначається за кольором паперової стрічки, якою обклеюють упаковку готових фільтрів. Прийняті наступні умовні позначення:

біла стрічка — папір середньої проникності (діаметр пор ~ 3 нм);

синя стрічка — «баритові», щільні фільтри (діаметр пор ~ 1 — $2,5$ нм), призначені для фільтрування дрібнозернистих опадів;

жовта стрічка — знежирені фільтри.

Спалювати фільтри разом з осадам можливо тільки в тому випадку, якщо продукти горіння паперу і вугілля не діятимуть на осад. Наприклад, не можна спалювати фільтр разом з осадам при визначенні галогенів (Cl і Br) у вигляді галоїдного срібла, свинцю — у вигляді $PbSO_4$ і таке інше. В подібних випадках, а їх дуже багато, застосовують інші способи фільтрування.

Асортимент фільтруючих матеріалів, що придатні і зручні для лабораторних робіт, останніми роками поповнився рядом нових матеріалів. З них найважливішими є фільтри з скловолоконного паперу і коротковолокнистого азбесту, які називають «абсолютними фільтрами». Скловолоконний папір застосовують для фільтрування радіоактивних і хімічно агресивних речовин.

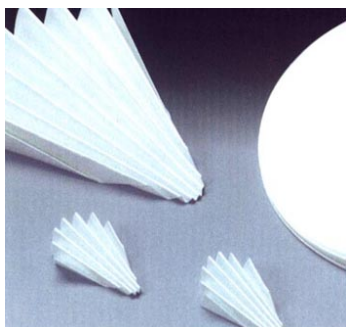
Особливий інтерес для фільтрування концентрованих кислот і лугів представляють фільтри з полівінілхлориду, флексолитові (політетрафторетиленові), політеніві (поліетиленові) і з деяких інших хімічно стійких пластиків. Всі ці види фільтрів застосовують, коли звичайні фільтри непридатні із-за їх чутливості до концентрованих кислот або лугів і деяким іншим агресивним рідинам. При фільтруванні органічних рідин або

розчинів через органічні фільтри слід враховувати, що ці матеріали не завжди стійкі по відношенню до органічних розчинників і можуть або розчинятися в них, або ж набухати. Крім того, їх можна застосовувати тільки в певних межах температури, зазвичай не вище 100° С.

Фільтри з паперу, що вживаються в лабораторії, бувають двох видів: прості і складчасті.

Для виготовлення простого фільтру квадратний шматок фільтрувального паперу певного розміру (залежно від величини осаду і розміру воронки) складають в чотири рази, потім ножицями обрізають за формою воронки.

Складчастий фільтр (мал. 101) краще простого в тому відношенні, що фільтрування з ним йде швидше, оскільки фільтрувальна поверхня складчастого фільтру удвічі більша, чим у простого фільтру.



Мал. 101. Складчастий фільтр

Для виготовлення складчастого фільтру квадратний листок фільтрувального паперу потрібного розміру складають спочатку навпіл, а потім вчетверо і обрізають ножицями, як при приготуванні простого фільтру. Розгортають фільтр і праву чверть його згинають навпіл всередину; відгортають верхню восьмушку і знову складають її навпіл всередину; нарешті, отриману шістнадцяту частку фільтру знову складають навпіл назовні. Після цього за розміром отриманої часточки (1/2 фільтру) складають гармошкою весь фільтр, розгортають його і вкладають у лійку. Потрібно прагнути, щоб складки фільтру не підходили впритул до його центру; інакше фільтрувальний папір в центрі фільтру зазвичай проривається.

Краї фільтру мають бути не рваними, а обрізаними. Корисно мати металеві шаблони, по яких вирізують фільтри.

Для того, щоб фільтр після фільтрування можна було легко розкрити, з одного краю його, у згину, відривають маленький шматочок паперу.

В цілях зменшення витрати фільтрувального паперу можна рекомендувати наступний спосіб приготування простих фільтрів. Беруть половину того шматка паперу, який потрібний для звичайного фільтру. Цей шматок складають удвічі і одну сторону двічі загинають. Потім фільтр обрізають, як завжди, і вживають для фільтрування.

СПОСОБИ ФІЛЬТРУВАННЯ

Фільтрування можна проводити різними способами. Вибір способів фільтрування залежить, як уже згадувалося, від характеру рідин, що підлягають фільтруванню і властивостей осаду, який потрібно відокремити від рідини.

Для аналітичних робіт при фільтруванні краще користуватися скляними аналітичними лійками (мал.102).



Мал. 102. Аналітична лійка для фільтрування

Особливість цих лійок полягає в тому, що вони мають подовжений зрізаний кінець, внутрішній діаметр якого у верхній частині менший, ніж в нижній частині; така конструкція прискорює фільтрування.

Крім того, бувають аналітичні лійки з ребристою внутрішньою поверхнею, що підтримує фільтр, і з кулястим розширенням в місці переходу

лійки в трубку. Лійки такої конструкції прискорюють процес фільтрування майже в три рази в порівнянні із звичайними лійками.

Фільтрування при звичайному тиску

Цей спосіб фільтрування є найбільш простим і застосовується дуже часто. Для фільтрування за цим способом не вимагається складних пристосувань.

Спочатку зупинимося на фільтруванні холодних розчинів, оскільки з ними доводиться працювати частіше і більше всього.

Необхідною приналежністю при фільтруванні є воронка. Воронку укріплюють в кільці, приєднаному до звичайного або спеціального штативу; у неї кладуть фільтр з фільтрувального паперу, який перш ніж наливати фільтрований розчин, злегка змочують чистим розчинником. Фільтр слід укласти у воронку так, щоб край його не доходив до краю воронки на 3—5 мм.

Умовою швидкого фільтрування є наявність рідини в трубці лійки. Для цього при змочуванні наливають у лійку розчинник вище за край фільтру, а потім вказівним пальцем захоплюють фільтр, трошки підводять його і швидко опускають, при цьому в трубці майже завжди утворюється стовп рідини. Вельми часто для прискорення фільтрування подовжують скляну трубку лійки, що може бути зроблене за допомогою гумової трубки.

Якщо між фільтрувальним папером і стінкою лійки утворюється прошарок повітря (повітряна кишень), фільтрування буде утруднено. Для видалення повітряної кишені усередині лійки створюють невеликий тиск. Лійку накривають змоченим по краях шматком фільтрувального паперу і перевернутою лійкою такого ж діаметру, як і перша. Через трубку верхньої лійки вдувають повітря або ротом, або за допомогою гумової груші. Іноді лійку закривають долонею і роблять притискуючий рух, чим створюють невеликий тиск, зазвичай достатній для того, щоб усунути повітряну кишень.

При аналітичних роботах, коли доводиться відокремлювати який-небудь осад, паперові фільтри роблять невеликими, узгодивши з кількістю осаду, але не з кількістю фільтрованої рідини.

Необхідно пам'ятати, що основна маса осаду повинна заповнювати фільтр не більш ніж на $1/3$ його висоти; тільки порівняно тонкий шар осаду може підніматися по стінках фільтру, в усякому разі, він повинен знаходитися від його верху не менше ніж на 5 мм. При такому заповненні у фільтрі залишається достатній простір для води, що вводиться при промивці осаду.

При фільтруванні, перш за все, необхідно дати відстоятися осаду в тому посуді, в якому він отриманий. Після цього обережно, не скаламучуючи осад, зливають на фільтр рідину, що відстоялася. Найзручніше це проводити за допомогою скляної палички.

Паличку прикладають до стакану, в якому знаходиться рідина з осадом. Довжина вільного кінця палички має бути не більше 6—7 см. Рідині дають стікати по паличці, направляючи потік її не в середину фільтру, а трохи убік, на стінку його, так, щоб вона потрапляла на ту частину фільтру, де знаходиться потрібний шар паперу.

Коли основна маса рідини буде пропущена через фільтр, осад кілька разів промивають із застосуванням декантації і потім переносять на фільтр.

На повноту перенесення осаду на фільтр потрібно звернути найсерйознішу увагу, оскільки більшість втрат при аналізі пояснюються неповним перенесенням.

Для проведення аналітичних робіт нерідко на фільтр для зменшення його пор поміщають мацеровану паперову масу. Її застосовують при відфільтруванні дрібних осадів, таких, як $BaSO_4$, а також в багатьох інших випадках (при визначенні кремeneвої кислоти, полуторних оксидів і ін.).

Для виготовлення мацерованої паперової маси беззольні фільтри нарізають на дрібні шматочки, поміщають їх в конічну колбу і заливають 0,5 N. розчином соляної кислоти. Масу нагрівають до кипіння і додають дистильованої води і знову кип'ятять при постійному помішуванні скляною

паличкою до тих пір, поки весь папір не перетвориться на однорідну волокнисту масу. Цю масу розбавляють водою і відмивають від кислоти, використовуючи лійки Бюхнера, до тих пір, поки промивні води не показуватимуть нейтральну реакцію. Пробу проводять за допомогою лакмусового паперу або, узявши піпеткою 10 мл промивної води, до неї додають одну краплю фенолфталеїну і одну-дві краплі 0,02 N. розчину NaOH. Якщо з'явилося рожеве забарвлення, це означатиме, що кислота відмита повністю. Якщо ж рожевого забарвлення не буде, масу ще промивають.

Відфільтровану і добре промиту масу переносять в колбу або склянку і розбавляють водою так, щоб вийшла однорідна біла суспензія. Перед застосуванням суспензію збовтують і відбирають необхідну кількість її. Мацерована паперова маса може зберігатися досить довго.

Фільтрування із застосуванням вакуумного насоса.

У тих випадках, коли фільтрування ведуть із застосуванням вакууму, вживають колби для відсмоктування (Бунзена). Колба має тубус, що знаходиться у верхній частині її; тубус сполучають гумовою трубкою із запобіжною склянкою, а потім з вакуумом. У горло колби вставляють воронку, укріплену в гумовій пробці. Колби для відсмоктування бувають різної ємкості і форми. Найчастіше в лабораторіях використовуються колби конічної форми як найбільш стійкі і зручні.

При фільтруванні великих кількостей рідини в колбі збирається багато фільтрату, для зливання якого доводиться розбирати установку. У таких випадках зручніше користуватися колбами Бунзена з краном, розташованим біля дна. При використанні таких колб фільтрат зливають через кран в підготовлений приймач, закривши заздалегідь вакуум.

Колби Бунзена роблять з товстого скла, оскільки інакше при роботі вони можуть бути роздавлені атмосферним тиском. Працюючи з колбами Бунзена, щоб уникнути нещасного випадку, рекомендується їх закривати рушником або ящиком з товстого картону або жерсті.

Іноді на зовнішню стінку посуду спіралью наклеюють липку прозору плівку з полівінілхлориду, накладаючи шар на шар так, щоб кожен виток захоплював близько половини попереднього шару. Так виходить хороший захист від розльоту осколків скла при вибуху.

До кожної колби для фільтрування слід заздалегідь підібрати декілька гумових пробок (дві-три) з отворами різних діаметрів, які підходили б до воронки, що найчастіше вживаються.

Колби Бунзена, якщо вона нова, слід заздалегідь перевірити. Спочатку колбу оглядають зовні. Якщо на ній будуть виявлені подряпини, колбу застосовувати для робіт з вакуумом не можна. Оскільки при створенні вакууму вона обов'язково лусне. Потім колбу закривають гумовим корком, загортають рушником або ж поміщають в запобіжний ящик і лише після цього приєднують до вакууму. У корок колби корисно вставити скляну трубку, один кінець якої відтягнутий в капіляр. За допомогою вакууму потрібно добитися такого розрідження, при якому колбу зазвичай використовуватимуть, і витримати під вакуумом не менше 15 хв.

Потрібно також перевірити, чи немає на столі шматочків металу або твердих речовин, які можуть подряпати дно колби.

Для роботи з розрідженням можна застосовувати тільки перевірені колби Бунзена.

Для фільтруванні гарячих розчинів використовують лійки Бюхнера (Мал. 18), які відрізняються від звичайних скляних лійок тим, що вони мають перетинку з отворами.

Для роботи чисто вимиту лійку вставляють на гумовому корку в колбу Бунзена для фільтрування. На сітчасту перетинку лійки укладають два кружки фільтрувального паперу, діаметр яких приблизно на 1 мм менше внутрішнього діаметру лійки. Для того, щоб вирізати такі кружки, потрібно узяти листок фільтрувального паперу, накласти його на лійку і зверху злегка натиснути долонею. На папері виходить відбиток верхнього краю лійки; обрізаємо по ньому папір ножицями, приміряємо і остаточно підганяємо

кружок до потрібної величини. Якщо доводиться часто працювати з однією і тією ж лійкою, слід заздалегідь заготовити деякий запас цих кружків фільтрувального паперу і зберігати їх в ексікаторі або у великому бюксі, або ж в чашці Петрі відповідної величини. Коли кружки вкладені в лійку, їх слід злегка змочити дистильованою водою, або тією рідиною, яку фільтруватимуть. При цьому фільтрувальний папір щільно притискається до сітчастої перетинки, що запобігає попаданню твердої речовини у фільтрат і між кружками (а отже, і його втрату).

Слід пам'ятати, що змочувати фільтрувальний папір водою можна тільки при фільтруванні водних розчинів. При фільтруванні ж неводних розчинів (рідин, що особливо не змішуються з водою) необхідно фільтри змочувати тим розчинником, який утворює даний розчин.

Окрім лійок Бюхнера, для фільтрування застосовують фарфорові сітки, які кладуть в звичайну скляну лійку. Паперові фільтри в цьому випадку повинні мати діаметр декілька більший, ніж діаметр самої сітки, так щоб при укладанні край їх загинався на стінки лійки.

Промивання осадів

Промивання осадів можна проводити, застосовуючи декантацію, на фільтрі або у центрифuzі.

Промивання із застосуванням декантації. Декантація — зливання рідини з осаду, що відстоявся. Для декантації зручно застосовувати колби і стакани. Промивання із застосуванням декантації полягає в тому, що осад, який підлягає промиванню, заливають дистильованою водою, переважно гарячою, або спеціально приготованою промивною рідиною, збовтують за допомогою скляної палички, потім дають відстоятися. Рідину, що відстоялася, зібралася над осадом, обережно зливають за допомогою скляної палички на фільтр у лійці, але так, щоб осад залишався в колбі або стакані. До осаду, що залишився в посуді, знову підливають промивну воду і повторюють все, як вперше. Після третього або четвертого промивання перевіряють повноту

відмивання. Для цього з кінчика лійки з останньої порції промивної води беруть декілька крапель на годинникове скло або в пробірку і перевіряють, чи містяться у взятій пробі відмивання іони.

Якщо вони присутні, повторюють промивку ще один-два рази. Коли відмивані іони не виявлятимуться, до осаду додають ще деяку кількість води, збовтують його і, не даючи відстоятися, по паличці перекладають на фільтр, через який зливали промивну рідину. Цю операцію повторюють до тих пір, поки на фільтр не буде перекладений весь осад. У стакані або колбі не повинні залишатися частинки осаду. Для повного перенесення осаду на фільтр внутрішню поверхню посуду, в якому промивали осад із застосуванням декантації, обтирають невеликим шматочком фільтрувального паперу. Фільтрувальний папір притримують скляною паличкою, на один кінець якої надітий шматочок гумової трубки. Притискуючи папір цим кінцем, ретельно обтирають всю внутрішню поверхню посуду.

Фільтрувальний папір корисно змочити декількома краплями дистильованої води. Потім паличку також ретельно обтирають цим же шматочком фільтрувального паперу і промивають над воронкою з промивалки дистильованою водою. Шматочок фільтру, використаний для обтирання посуду і палички, приєднують до осаду. Така операція буває потрібна тільки при аналітичних роботах, коли осад потрібний для кількісного визначення якої-небудь речовини або елемента. Шляхом декантації вдається більш повно відмити осад від початкового розчину. На фільтрі зробити це вдається не завжди, оскільки осад на нім легко злежується і промивна вода проходить не через всю масу осаду, а тільки по промитих нею шляхах.

Не дивлячись на значну витрату часу при відстоюванні, швидкість фільтрування промивної води без осаду значно більша, тому промивання осаду із застосуванням декантації скорочує час для цієї операції.

Промивання на фільтрі. Відфільтрований осад остаточно промивають на фільтрі. Промивання продовжують до тих пір, поки у фільтраті не виявлятиметься та речовина, яку відмивають. Наприклад, в осаді був

сірчаноокислий барій, а в розчині хлористий натрій. Перша сіль практично нерозчинна у воді, а друга — розчинна. На фільтрі залишається сірчаноокислий барій, фільтрат же містить хлористий натрій, від якого потрібно відмити першу сіль, щоб отримати абсолютно чистий осад.

В цьому випадку промивання осаду водою ведуть до тих пір, поки промивна вода не перестане давати реакцію на іон хлора, тобто після додавання розчину азотнокислого срібла до HNO_3 у пробі промивної води не з'являтиметься муть внаслідок утворення хлористого срібла.

Промивання потрібно проводити малою кількістю рідини. Це необхідно тому, що абсолютно нерозчинних речовин немає і кожного разу при промиванні свіжою порцією рідини частина осаду — правда, дуже незначна — переходить в розчин; зрозуміло, чим більше буде узято рідини для промивання, тим більше будуть втрати і тим більше помилка при аналізі.

Для промивання осадів гарячою дистильованою водою, останню слід нагрівати в колбі-промивалці. Перш ніж почати промивання, промивалку з гарячою водою слід обов'язково струсити. Це необхідно зробити тому, що вода в промивалці може виявитися перегрітою і при вдуванні повітря можливе раптове скипання і викид окропу через трубку в рот.

При промиванні осаду на фільтрі дотримуються наступних правил:

1. Воду наливають на фільтр в такій кількості, щоб вона повністю покривала осад і не доходила по самі вінця фільтру на 3—5 мм. У жодному випадку не допускається наливати воду вище за фільтр. Робота при цьому може бути зіпсована.

2. Кожну нову порцію води виливають на фільтр не раніше, ніж буде повністю профільтрована попередня. Інакше промивання осаду сильно затягується і для промивання потрібна велика кількість рідини.

3. Щоб уникнути розбризкування, наливати воду на фільтр рекомендується по паличці, так само як при перенесенні осаду.

Звичайно, кількість вживаної для промивання рідини залежить від природи і стану осаду, що промивається. Для промивання некристалічних (так званих

аморфних і драглистих) осадів потрібно більше рідини; час, необхідний для промивання таких осадів, також більше. Колоїдну кремeneву кислоту доводиться промивати дуже довго і дуже великими кількостями рідини (після прожарення кремeneвої кислоти утворюється колоїдний двоокис).

Про фільтруванні потрібно пам'ятати наступне:

1. Величина фільтру має бути відповідна до кількості осаду: чим менше випадає осаду, тим менше має бути фільтр, і навпаки.

2. Перш ніж перенести на фільтр осад, треба *два-три рази промити його* із застосуванням декантації і остаточно відмити на фільтрі.

3. Рівень фільтру у лійці має бути завжди нижче за край лійки; осад повинен займати не більше половини фільтру.

4. При роботі з важкими осадами треба користуватися конусом для фільтрування.

5. При відфільтровуванні дрібнодисперстних осадів слід користуватися особливо щільними фільтрами (барієвими) ; не всякий фільтрувальний папір придатний для відфільтровування будь-яких осадів.

6. Рідину зливати на фільтр завжди потрібно за допомогою скляної палички; рівень рідини не повинен доходити на 3—5 мм до краю фільтру.

7. Нагріта рідина фільтрується легше.

8. При промиванні осаду на фільтрі кожен свіжу порцію води або іншої рідини треба додавати тільки, коли попередня порція вже стікла достатньо повно; завжди зручніше промивати осад невеликими порціями води.

9. Прискорити фільтрування можна подовженням трубки лійки, застосуванням вакууму і лійки Бюхнера.

10. При складанні фільтру необхідно стежити, щоб не прорвалася його верхівка. Фільтр повинен щільно прилягати до стінки лійки, а кінець лійки при фільтруванні повинен торкатися стінки стакану.

11. Перед фільтруванням фільтр слід змочити у лійці тією рідиною, яка фільтруватиметься. Для змочування треба застосовувати тільки чисту рідину.

12. *При фільтруванні вогнебезпечних рідин поряд не повинно бути*

відкритого полум'я пальника.

13. При фільтруванні під вакуумом треба стежити, щоб в колбі не збиралося дуже багато фільтрату. Не можна допускати, щоб він доходив до відростка, що сполучає колбу з вакуумом.

14. При збиранні приладу для фільтрування під вакуумом треба поміщати запобіжну склянку між колбою і вакуумом.

15. При роботі з фільтрами з пресованого скла не можна забивати їх так, щоб потім не можна було промити. Не можна очищати фільтри з пресованого скла розчинами лугів.

Центрифугування.

Окрім фільтрування, розділення суміші рідких і твердих речовин можливо також шляхом центрифугування, тобто розділення речовин в приладах, званих центрифугами. Застосування центрифуги засноване на використанні відцентрової сили. При швидкому обертанні (центрифугуванні) тверді частинки з більшою за щільність рідини масою під дією відцентрової сили, що розвивається при обертанні, відкидаються від центру і таким шляхом виділяються з рідини.

Центрифуги бувають: відкриті (мал.103) і закриті (мал.104), з ручним і механічним, електричним приводом.



Мал. 103. Центрифуга відкрита



Мал. 104. Центрифуга лабораторна (закрита)



Мал. 104 а. Ротор для лабораторної центрифуги

Механічні закриті центрифуги (мал.104) зручніші, ніж ручні. Вони дають зазвичай 2000—3000 об/хв, дозволяють досягти досконалішого розділення рідини і твердої речовини. У клініках широко застосовуються лабораторні центрифуги.

Пробірки для центрифугування. Пробірки для центрифуг після наповнення рідиною повинні мати однакову масу. Для цього необхідно використовувати спеціальні центрифужні ваги, пристосовані для зважування (вірніше, урівноваження - тарування) пробірок (мал.105). У вказаних вагах чашки підвішують до коромисла за допомогою стрижнів, прикріплених до центру чашок. На цих стрижнях є кільця, в які вставляють пластикові стакани. Ваги врівноважують разом з пластиковими стаканами шляхом додавання шматочків фільтрувального паперу на чашки вагів.



Мал. 105. Центрифужні ваги

Зрівноваживши ваги, в пластикові стакани вставляють скляні центрифужні пробірки (мал.106).



Мал. 106. Центрифужні пробірки

Досліджувану рідину, що підлягає центрифугуванню, наливають спершу в одну скляну пробірку (за допомогою, наприклад, піпетки), а потім в другу скляну пробірку, добиваючись урівноваження чашок на вагах.

Ніколи не слід наливати в пробірки дуже багато рідини; пробірки наповнюють так, щоб відстань від краю до рівня рідини була не менше 10 мм.

Коли потрібно зрівноважити багато пробірок, доцільно застосовувати наступний прийом. Зрівноваживши першу пару пробірок, одну з них виймають і поміщають в гніздо центрифуги, а іншу залишають на т. Ця остання пробірка служитиме еталоном для останніх. У місце, що звільнилося на вагах, вставляють іншу пробірку, врівноважують з еталоном і прибирають. Доцільно також заздалегідь наповнити пробірки (узявши кількість рідини декілька менше потрібного) і вже при урівноваженні додавати необхідну кількість рідини. Такий прийом прискорює роботу.

Урівноважені пробірки вставляють в гнізда центрифуги попарно «один проти одного».

Центрифуга лабораторна призначена для розділення неоднорідних рідких систем щільністю до 2 г/см^3 в полі відцентрових сил.

За центрифугою слід постійно спостерігати; неприпустимо її забруднення, особливо рухомих частин. Металеві гільзи повинні легко і вільно повертатися. Шестерні, що приводять в обертання центрифугу, повинні мати легкий хід; їх не можна змащувати такими мастилами, які можуть згаснути. Вісь центрифуги також має бути в порядку і завжди чистою.

При необережному поводженні з центрифугами можна зігнути вісь і цим вивести центрифугу з ладу.

Після виключення центрифуги дають час зупинитися самій і лише після цього виймають пробірки.

В даний час активно використовують ультрацентрифуги, що дають до 40000 об/хв. Такі центрифуги особливо зручні для центрифугування в'язких розчинів, наприклад лаків, тонких дисперсій, а також емульсій.

Такі центрифуги можуть мати декілька різних змінних роторів (мал.104а), що дозволяють вести центрифугування з різною швидкістю і з

метою отримання субклітинних фракцій тканин тварин, дослідження мембран клітин крові і ін.

Колби для дистиляції. Для перегонки рідин застосовують спеціальні колби, наприклад колби В`юрця, Клайзена, Арбузова та інші (мал. 26-29).

Найбільш поширені колби В`юрця ємкістю від 50 мл до 1—2 л; вони є круглодонними колбами з довгим горлом, від якого відходить під кутом довга вузька відвідна трубка. Ця трубка може бути розташована на різній відстані від кулі колби. Колби В`юрця, що мають паровідвідну трубку, розташовану близько до кулі, призначені для перегонки речовин з низькою температурою кипіння. Колби з паровідвідною трубкою, розташованою на середині горла, застосовуються для перегонки речовин з середньою температурою кипіння. Висококиплячі рідини переганяють в колбах В`юрця, паровідвідна трубка яких розташована ближче до відкритого кінця горла.

При роботі в горло колби В`юрця щільно вставляють кіркову або гумову пробку з термометром, а бічну трубку приєднують на пробці або шліфі до холодильника. Термометр встановлюють у відвідну трубку, яка служить як повітряний холодильник і одночасно як приймач. Найбільш споживані колби ємкістю 50, 100 або 250 мл.

ЕКСТРАКЦІЯ

Екстракція є особливим прийомом виділення органічної речовини з розчину або суміші твердих речовин. Екстракцією називають метод витягання розчинниками з суміші яких-небудь речовин того або іншого компоненту.

У основі цього методу лежить закон розподілу речовини, між двома рідинами (якщо екстрагують речовину з розчину в якій-небудь рідині), що не змішуються, і різною розчинністю окремих речовин в даному розчиннику (якщо речовину витягують з суміші з іншими речовинами).

Для виділення органічних речовин, що знаходяться у водному розчині, застосовують витягання розчинниками, що не змішуються з водою, в яких

дані речовини добре розчинні. Зазвичай при екстракції в якості розчинників використовують легко летючі рідини — діетиловий ефір, петролейний ефір, бензол, хлороформ і ін. Шляхом екстракції можна звільнити речовину, що виділяється, від домішок, якщо вони не розчинні в узятому розчиннику. Оскільки розчинники, вживані при витяганні, зазвичай мають низькі температури кипіння, відгін розчинника після екстракції проводиться швидко і не викликає утруднень.

Екстракція органічними розчинниками застосовується не тільки для витягання органічних речовин. Дуже багато неорганічних солей, головним чином галогенідів і нітратів, також розчиняються в органічних розчинниках і за певних умов можуть витягуватися з водних розчинів. На цьому, зокрема, засновані деякі способи очищення різних неорганічних солей з метою отримання чистих металів.

Окрім екстрагування за допомогою летючих органічних розчинників або води, витягання потрібної речовини в окремих випадках можна проводити і нелеткими органічними речовинами. Таким шляхом, наприклад, можна витягувати деякі складові частини з рослинної тканини, якщо після перемелювання останню отриману муку або збовтувати, або перемішувати з рідкими маслами. Операцію можна проводити як на холоді, так і при нагріванні.

При екстрагуванні велике значення має температура, особливо в тих випадках, коли екстрагують водою.

В деяких випадках доводиться проводити так звану реекстракцію. *Реекстракцією* називають процес, в результаті якого елемент переводять з екстракту назад у водну фазу, що зазвичай пов'язано з розкладанням комплексу цього елемента в органічній фазі. Тривалість струшування фаз в ділильній воронці при екстракції або реекстракції залежить від швидкості досягнення рівноважного стану. В деяких випадках досить декількох секунд, в інших – 1 - 5 хв. Якщо необхідна тривалість струшування перевищує 2 хв, рекомендується користуватися механічними підтрушувачами. Наприклад,

органічним розчинником можна витягувати з суміші яку-небудь речовину, що добре розчиняється у воді. Замість відгону органічного розчинника отриманий екстракт можна обробити водою і вся речовина, що витягує, перейде у водний розчин, очищений же від домішки органічний розчинник може бути знову використаний для екстракції.

Залежно від того, в якому вигляді знаходиться речовина, що екстрагується, прийоми екстракції і конструкція вживаних для цієї мети приладів декілька змінюються.

Для зручності розгляду процесу екстракції можна намітити два випадки: екстрагування твердих речовин (система «тверде — рідина») і екстрагування рідин (система «рідина — рідина»). Крім того, залежно від вживаних розчинників розрізняють екстракцію:

- а) водою або водними розчинами;
- б) органічними розчинниками;
- в) розплавами.

Ефективність екстракції, або ступінь переходу елементу з водної фази в органічну, оцінюють *коефіцієнтом розподілу* ϵ , що є відношенням концентрацій даного елементу в обох фазах в умовах рівноваги. Стан, в якому елемент знаходиться в обох фазах, при цьому не враховується

$$\epsilon = [X_o]/[X_v].$$

Коефіцієнт розподілу ϵ компоненту X_v дорівнює 10, якщо після струшування обох фаз концентрація компоненту X_o в органічній фазі в 100 разів більше, ніж у водній.

Залежність екстракції (коефіцієнта розподілу ϵ) від рН водного розчину часто представляють графічно в системі координат $\lg \epsilon$ (ордината) - рН (абсциса).

Для оцінки екстракції користуються також поняттям *відсотка екстракції* (%E):

$$\%E = 100\epsilon / (\epsilon + V_v/V_o)$$

Якщо коефіцієнт розподілу $\epsilon = 10$ і об'єми обох фаз однакові ($V_B/V_0 = 1$), то відсоток екстракції дорівнює приблизно 91.

Якщо коефіцієнт розподілу якого-небудь елементу в даних умовах великий, наприклад 500, то достатньо однієї екстракції (тобто струшування водного розчину тільки з однією порцією органічного розчинника).

Екстракцію використовують як для виділення і розділення мікрокомпонентів, так і для відділення макрокомпонентів. В порівнянні з методами осадження екстракційні методи дозволяють швидше провести виділення і забезпечують повніше розділення. У зв'язку з малою поверхнею розділу фаз при екстракції не спостерігають явищ, подібних до адсорбції домішок при осадженні.

Видалення і розділення осадів

Метод екстракції можна широко використовувати для виділення слідів елементів. Основну роль в екстракційному виділенні слідів грають органічні реагенти, створюючи з іонами металів внутрішньокмплесні сполуки, розчинні в хлороформі, чотиріхлористому вуглеці і подібних до них розчинниках.

Іноді методом екстракції відокремлюють сліди металів, використовуючи послідовно різні реагенти і ступінчасто змінюючи рН аналізованого розчину.

Відділення макрокомпонентів

Відділення макрокількостей металів за допомогою органічних реагентів можливо тільки за умови, що ці реагенти утворюють внутрішньокмплесні сполуки, розчинні в неполярних органічних розчинниках.

Тільки небагато елементів можна відокремлювати екстракцією в макрокількостях у вигляді нітратів (U, Th, CeIV, Y) і оксидів (Os, Ru).

Відомі також екстракційні методи, специфічні для деяких елементів. Наприклад, берилій можна екстрагувати хлороформом у вигляді ацетатного комплексу, ніобій екстрагується з 20 н. H_2SO_4 , розчином трибутилфосфату в бензолі у вигляді сульфатного комплексу, хром(VI) можна екстрагувати ефірами у вигляді перекисного з'єднання.

Екстрагування органічних речовин з водних розчинів

Поділ рідин, що не змішуються, здійснюється за допомогою ділильних ліжок кулястої (мал.105) або циліндрової форми. При роботі з невеликими кількостями речовин, для екстракції можна використовувати і краплинні ліжки такого ж устрою, але виготовлені зазвичай з тоншого скла.

У ділильну ліжку наливають за допомогою звичайної хімічної ліжки рідину, яку необхідно екстрагувати, додають невелику кількість ефіру (або іншого розчинника), щільно закривають корком і перевертають ліжку, міцно притримуючи при цьому корок.



Мал. 105. Куляста ділильна ліжка з краном.

У цьому положенні необхідно ненадовго відкрити кран для знищення надмірного тиску із-за випаровування ефіру. Енергійно струшують ліжку протягом декількох хвилин, час від часу прочиняючи кран. Після закінчення збовтування ділильну ліжку слід укріпити в штативі, підставивши внизу колбу або стакан. Після повного відстоювання і розшарування нижній (водний) шар зливають через кран, а потім виливають верхній (ефірний) шар через верхній отвір ліжки.

Іноді при збовтуванні водних розчинів з органічними розчинниками утворюються дуже стійкі емульсії.

Щоб уникнути утворення емульсій перемішування в цих випадках, слід вести обережно. Для руйнування емульсії, що утворилася, можна застосувати насичення водного шару куховарською сіллю, збільшення декількох крапель спирту або тривале відстоювання.

У тих випадках, коли органічна речовина краще розчинна у воді, чим в ефірі і інших органічних розчинниках, навіть багатократні витяжки його розчинником з водного розчину не приносить успіху. Тоді застосовують екстракційні апарати, що безперервно діють. Для витягання речовин з твердих сумішей використовуються екстракційні апарати особливої конструкції — екстрактори Сокслета.

Ділильні лійки в більшості випадків забезпечені притертою скляною пробкою. У верхній частині відвідної трубки знаходиться скляний притертий кран. Ємкість ділильних лійок різна (від 50 мл і до декількох літрів), залежно від ємкості змінюється і товщина стінок. Чим менше ємкість лійки, тим тонше її стінка, і навпаки.

При роботі ділильні лійки залежно від ємкості і форми укріплюють по-різному. Циліндрову воронку невеликої ємкості можна укріпити просто в лапці. Великі ж лійки поміщають між двома кільцями. Нижня частина циліндрової лійки повинна спиратися на кільце, діаметр якого трохи менше діаметру лійки, верхнє кільце має діаметр декілька більший. Якщо лійка при цьому гойдається, між кільцем і лійкою слід покласти пластинку з пробки.

Грушоподібну ділильну лійку укріплюють на кільці, шийку її затискають лапкою. Спочатку завжди закріплюють лійку, а вже потім наливають в неї рідини що підлягають розділенню.

Для більш рівномірного стікання крапель рідини з краплинної лійки і для спостереження за швидкістю подачі рідини застосовують краплинні лійки з насадкою. У таких лійок відразу після крану знаходиться розширена частина, яка переходить в трубку. Рідина через кран поступає в це розширення по короткій трубці і потім в трубку лійки.

Краплинні лійки відрізняються від ділильних тим, що вони більш легкі, тонкостінні і в більшості випадків з довгим кінцем. Ці лійки застосовують при багатьох роботах, коли речовину додають в реакційну масу невеликими порціями або по краплях. Тому вони зазвичай складають частину приладу.

Лійки укріплюють в горлі колби на шліфі або за допомогою коркової або гумової пробки.

Перед роботою з ділильною або краплинною лійкою шліф скляного крана потрібно обережно змастити вазеліном або спеціальним мастилом. Це дає можливість відкривати кран легко і без зусиль, що дуже важливе, оскільки якщо кран відкривається туго, то можна при відкритті зламати його або пошкодити весь прилад. Мастило потрібно наносити дуже тонким шаром так, щоб при поверненні крана вона не попадала в трубку лійки або всередину крана.

4.2. ПРАКТИЧНІ РОБОТИ, ЯКІ ВИКОНУЮТЬСЯ НА ЗАНЯТТІ

Протокол №8

Дата

8.1. Екстракція каротиноїдів з рослинної сировини.

Принцип методу:

Каротиноїди - група природних пігментів жовтого або оранжевого кольору; по хімічній природі відносяться до тетратерпенів. Каротиноїди розчинні в жирних оліях, хлороформі, ацетоні, бензині і важко розчинні в спиртах.

Хід роботи:

Робота проводиться у витяжній шафі. 1 грам плодів шипшини (горобини, моркви) подрібнюють в ступці. Вміст ступки переносять у велику пробірку зі шліфом і притертим корком. Додають в пробірку 5 мл хлороформу і щільно закривають корком. Екстракують на протязі 1 години, періодично струшуючи. Після цього спостерігають розшарування досліджуваного розчину на фракції. Переносять вміст пробірки в ділильну воронку, після розділення шарів відокремлюють шар хлороформу, що містить каротиноїди.

8.2. Розподіл розчину білка методом фільтрування та центрифугування.

Принцип методу:

При додаванні до розчину яєчного білка трихлороцтової кислоти (ТХО) відбувається денатурація білка, який випадає в осад. Розподіл осаду та рідкої фази можливо проводити методом фільтрування крізь марлю, або методом центрифугування.

1. Розподіл розчину білка методом фільтрування

Хід роботи:

В пробірку наливають 1 мл 1% розчину яєчного білка. Додають 1 мл 3% ТХО. Після випадіння осаду вміст пробірки фільтрують крізь марлю. Для цього на чисту пробірку установлюють лійку. На неї укладають декілька шарів марлі. Виливають вміст пробірки у лійку. На марлі залишиться осад, а в чисту пробірку збирають фільтрат. Якщо фільтрат залишиться непрозорим, його знову фільтрують крізь паперовий фільтр.

2. Розподіл розчину білка методом центрифугування

Хід роботи:

В центрифужну пробірку наливають 1 мл 1% розчину яєчного білка, додають 1 мл 3% ТХО. Після утворення осаду пробірку урівноважують на центрифужних вагах з пробіркою, в яку налита вода. Потім обидві пробірки розташовують в центрифусі за правилом "хреста" та центрифугують 15 хвилин при 2 тис. обертів за хвилину. Після центрифугування із дослідної пробірки зливають надосадну рідину (супернатант) методом декантації.

Результати:

Висновки:

5. МАТЕРІАЛИ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Загальні поняття про процес фільтрування. Чинники, що впливають на процес фільтрування.

2. Матеріали, що фільтрують, типи фільтрів.
3. Особливості фільтрування при звичайному тиску.
4. Вимоги по фільтруванню з вакуумним насосом.
5. Способи промивання осадів (декантація, фільтрування, центрифугування).
6. Порядок роботи при виготовленні простого і складчастого паперового фільтру.
7. Правила роботи при процесі центрифугування з використанням лабораторної центрифуги типу ОПН-3.
8. Техніка безпеки роботи в процесі центрифугування.
9. Принциповий устрій центрифуги з електричним приводом.
10. Загальне поняття про екстракцію. Коефіцієнт розподілу речовини, що екстрагується із суміші: його розрахунок; чинники, що впливають на його величину.
11. Принципи вибору екстрагента для речовини, що екстрагується з суміші.
12. Правила роботи з ділильною лійкою при екстракції.

ЗАНЯТТЯ № 9,10

1.ТЕМА. Розчини. Способи вираження складу розчинів. Розрахунки та приготування розчинів приблизної концентрації та їх зберігання.

2.АКТУАЛЬНІСТЬ ТЕМИ: Розчинення хімічних речовин є обов'язковою умовою здійснення в організмі різних метаболічних процесів і виконання більшості біохімічних досліджень, у зв'язку з чим, необхідно мати як можна повніше уявлення про усе різноманіття розчинів, їх властивості і способи вираження їх концентрації.

3.МЕТА ЗАНЯТТЯ: Ознайомитися з поняттями розчинів. Вивчити способи вираження концентрації розчинів. Навчитися виправляти

концентрацію розчинів. Навчитися готувати розчини точної концентрації.

4.ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ ПІД ЧАС ПІДГОТОВКИ ТА ПРОВЕДЕННЯ ЗАНЯТТЯ.

4.1. ТЕОРЕТИЧНІ ПИТАННЯ ДО ЗАНЯТТЯ

- 1) Поняття про розчини, їх класифікацію.
- 2) Способи вираження складу розчинів.
- 3) Розчини точної та приблизної концентрацій.
- 4) Розрахунки та приготування розчинів кислот, солей, основ приблизної концентрації. Використання таблиць для визначення складу розчинів за щільністю.
- 5) Правила зберігання розчинів кислот, солей, основ.

Інформаційний матеріал

Приготування розчинів реагентів, їх виправлення, способи вираження концентрації.

Розчин - це рідка, газоподібна або тверда гомогенна система, що складається з двох або більше за компоненти, відносні кількості яких можуть бути довільно змінені в досить широких межах.

Рідкі розчини підрозділяють на водні і неводні. І ті і інші є однорідною фізико-хімічною дисперсною системою, в якій рівномірно по відношенню один до одного розподілені частки розчиненої речовини, розчинника і продукти їх взаємодії. Зазвичай **розчинником** вважають той компонент, який в чистому вигляді існує в такому ж агрегатному стані, що і отриманий розчин. Якщо обидві складові частини системи до розчинення знаходилися в однаковому агрегатному стані (наприклад, спирт і вода), то розчинником вважається рідина, узята у більшій кількості.

Залежно від розміру часток розподіленої речовини виділяють три класи дисперсних розчинів:

1) істинні розчини (іонно-молекулярні), розміри часток розподіленої в них речовини не перевищують 1 нм;

2) колоїдні системи (колоїдні розчини) - з розмірами часток близько 100 нм; для такої системи характерне розсіювання світла, що проходить через неї, - феномен Тиндаля.

3) грубодисперсні системи, що містить частки твердої (суспензії) і рідкої (емульсії) речовини діаметром більше 100 нм.

Усі речовини мають відому розчинність у воді. Вона виражається числом грамів речовини, яка, будучи розчиненою при певній температурі в 100 г розчинника, дає насичений розчин. Звідси витікає, що мірою розчинності речовини за даних умов є концентрація його насиченого розчину. Тому розчинність може виражатися в тих же одиницях, що і концентрація, наприклад моль/л розчину. Проте з давніх пір розчинність прийнято виражати числом грамів речовини, розчиненої в 100 г розчинника.

При нагріванні розчинність твердих речовин у воді, як правило, підвищується, а газів - зменшується. На зниженні розчинності з пониженням температури засновано виділення розчиненої речовини з розчину і очищення його від домішок. Так, якщо отримати насичений розчин при високій температурі, а потім охолодити його, то надлишок речовини виділиться у вигляді кристалів певної структури. Цей процес називається кристалізацією. Він йде тим швидше, чим більші концентрації розчину. Початку кристалізації сприяє струшування розчину або внесення в нього кристала розчиненої речовини. У момент встановлення динамічної рівноваги між процесами розчинення і кристалізації кількість речовини, що перейшла в розчин, не змінюється і розчинення практично припиняється.

Розчин, в якому розчинена речовина за даних умов більше не розчиняється, є насиченим. Всякий розчин, в якому розчиненої речовини знаходиться менше, ніж в насиченому, іменується ненасиченим. За особливих умов можуть бути отримані і пересичені розчини, до утворення яких "схильні" деякі речовини, і це слід мати на увазі при виконанні

біохімічних досліджень. Так, в процесі визначення іонів калію хімічним методом, що базується на реакції утворення купрум-гекса-нитрита калію-свинцю - $K_2PbCu(NO_2)_6$, виходить пересичений розчин, для осадження з якого сформованої комплексної подвійної солі потрібно тривале потирання скляною паличкою об внутрішні стінки пробірки (з метою утворення центрів кристалізації). Інакше можуть виникнути ложнозанижені результати.

Поняття "насичений" і "ненасичений" не слід ототожнювати з поняттями "концентрований" і "розбавлений". Концентрований розчин зовсім не обов'язково має бути насичений. Наприклад, розчин, що містить 20 г $KMnO_4$ в 100 г води, є концентрованим, але якщо температура його $20^\circ C$, то він ще далеко не насичений. Для отримання насиченого розчину при цій температурі треба було б узяти 31,5 г селітри на 100 г води. З іншого боку, і насичений розчин може бути розбавленим (якщо речовина мало розчинно). Так, насичений розчин гіпсу при $20^\circ C$ містить усього лише 0,21 г речовини в 100 г.

Уявлення про кількісний вміст речовини в розчині виражається поняттям концентрації. **Концентрацією** розчину називається масовий (г, кг) або об'ємний (мл, л) вміст речовини в певній кількості або об'ємі розчину.

По точності вираження концентрації розчини ділять на приблизні і точні.

Вміст речовини в приблизних розчинах нині рекомендується виражати розмірністю масової концентрації, масових і об'ємних відношень, що замінили відповідні вирази окремих видів процентній

Під процентною концентрацією прийнято розуміти певну кількість речовини (г або мл), що міститься в 100 г або 100 мл розчину. Це загальне визначення поняття процентної концентрації включає декілька різновидів. Залежно від одиниць (об'єму або маси), використовуваних для позначення кількості розчиненої речовини і розчину, розрізняють вагову (масову), вагово-об'ємну (масо-об'ємную), об'ємну, об'ємно-вагову (об'ємно-масову) процентну концентрацію.

Масова (вагова) процентна концентрація показує, скільки грамів речовини міститься в 100 г розчину.

$\frac{a}{a+b}$ -

де a - кількість розчиненої речовини, b - кількість розчинника в грамах (у сумі складають 100 г).

Наприклад, 3% розчином соляної кислоти називають такий розчин, в 100 г якого міститься 3 г хлористого водню і 97 г води. Для отримання розчину цього виду процентної концентрації наважку речовини вносять в хімічну склянку, в яку потім вливають 97 мл води (при кімнатній температурі). 3 г води важить приблизно 3 г.

При приготуванні розчинів різних хімічних реагентів зручно використати масову концентрацію.

Маса-об'ємна процентна концентрація ($\text{г}\%$) являє собою відношення кількості розчиненої речовини в грамах до 100 мл розчину. Розмірність цього виду процентної концентрації - $\text{г}/\text{мл}$ (маса/об'єм).

Наприклад, 10 $\text{г}\%$ розчин хлористого натрію містить 10 г солі в 100 мл розчину. Для його отримання наважку солі (10 г) вносять в мірний циліндр або мензурку і доливають водою до мітки. У разі водних розчинів однакової по чисельному позначенню масової і масо-об'ємної процентної концентрації відмінності в кількісному вмісті речовини в одиниці об'єму практично не виявляються, або ж ними можна нехтувати. Проте при використанні неводних розчинів вони можуть бути дуже значні. Так, в 10% розчині жиру в тетрахлорметані або, що те ж саме, чотирихлористому вуглеці (рідини щільністю 1,6 $\text{кг}/\text{л}$) на 10 г жиру доводиться близько 90 мл розчинника, тоді як в 10 % розчині - значно менше – 56.

Об'ємна процентна концентрація ($\text{об}\%$, чи $^\circ$ — градус) - відношення вираженого одиницями об'єму (мл) кількості розчиненої речовини до 100 мл розчину. Розмірність цього виду процентної концентрації - $\text{мл}/\text{мл}$ (об'єм/об'єм). Наприклад, 5 $\text{об}\%$ (5°) розчин етилового спирту містить 5 мл абсолютного (безводного) спирту і 95 мл води. Правда слід мати на увазі, що

при змішуванні різних рідин, що нескінченно розчиняються одна в одній (як, наприклад, у разі спирту і води), кінцевий об'єм розчину може складати менше 100 мл

Об'ємно-масова (об'ємно-вагова) процентна концентрація, що відбиває кількість мл речовини, що міститься в 100 г розчину, рідко використовується в клініко-лабораторній практиці.

Багато хімічних реактивів отримуються у вигляді кристалогідратів. Готувати з них процентні розчини можна двома способами.

1-й спосіб (точний). Заздалегідь розраховують масову (вагову) кількість кристалогідрату, в якому міститься задана кількість речовини. Наприклад, вимагається приготувати 5% розчин сірчаноокислої міді з кристалогідрату цієї речовини. Для визначення необхідної наважки виходять з того, що на одну молекулу сірчаноокислої міді доводиться п'ять молекул води, а молекулярна маса кристалогідрату сірчаноокислої міді складає 245 г (155 г доводиться на чисту сіль і 90 (18 • 5) - на воду). Шляхом рішення пропорції :

245 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ містить 155 г CuSO_4

X г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ - 5 г

знаходять необхідну наважку кристалогідрату (X) $x = \frac{5 \cdot 245}{155} = 7,90$:

На етикетці бутля, в якому зберігається такий розчин, повинно бути написано: "5 або 5 г розчин CuSO_4 ". Це означає, що в 100 г (чи 100 мл) розчину міститься 5 г сірчаноокислої міді, а не її кристалогідрату.

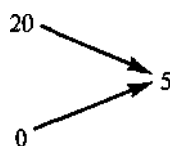
2-й спосіб (умовний). Часто, готуючи процентні розчини, ведуть розрахунок виходячи з маси кристалогідрату. Наприклад, для приготування 5% розчину мідного купоросу ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) відважують 5 г препарату і підливають до цієї його кількості воду до об'єму 100 мл. По суті такий розчин CuSO_4 не є п'ятивідсотковим. На етикетці посудини, в якій він зберігається, має бути напис: 5% (або 5 г%) розчин $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Слід мати на увазі, що неправильне зберігання препаратів кристалогідратів(зокрема, із-за поганої герметичності посуду) може

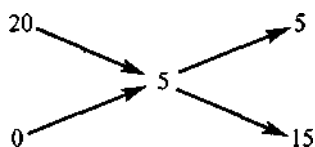
призводити до поступового виходу кристалізаційної води з кристалічної решітки (вивітрювання). При цьому частина речовини, особливо на поверхні кристалів, переходить в аморфний стан. Такий реактив не придатний для приготування розчинів ні першим, ні другим способом. В даному випадку вимагається заздалегідь перекристалізувати його (тобто відновити кристалічну структуру реагенту) або, якщо це дозволяють хімічні властивості речовини, прожарити, перевівши його, таким чином, в аморфний стан. Оскільки відповідно до вимог Міжнародної системи одиниць як одиниці маси і об'єму розчину використовуються "кг" і "л" відповідно, то для отримання необхідних показників розмірності значення окремих видів процентної концентрації, вимагається помножити на 10. При цьому масова (вагова) і об'ємна процентна концентрація перетворюються в масове та об'ємне відношення з розмірністю г (кг)/кг, мл (л)/л, а масо-об'ємна (вагово-об'ємна) процентна концентрація — в масову концентрацію з розмірністю г (кг)/л.

Для приготування неточних розчинів використовуються аптекарські, технічні (техно-хімічні) ваги і неточний мірний посуд (циліндри, мензурки). У разі, якщо виникає потреба в отриманні приблизних розчинів шляхом розбавлення більш концентрованих, можна скористатися простим і швидким способом, визначуваним правилом "хреста".

Нехай необхідно розбавити 20% , (200 г/л) розчин сірчаноокислого амонія до 5% (50 г/л). Складають перший запис:



де 20 - показник концентрації узятого розчину, 5 - показник необхідної концентрації і 0 - вода. З 20 віднімають 5 і отримане значення записують в правому нижньому кутку. З 5 віднімають 0 і записують цифру в правому верхньому кутку. Після цього схема набирає вигляду:



Це означає, що для отримання 5% розчину треба 5 об'ємів 20% розчину змішати з 15 об'ємами води.

Якщо змішувати два початкових розчини однієї і тієї ж речовини для отримання розчину проміжної концентрації, то зі схеми усувається "0". Нехай змішуванням 35% та 15% розчинів вимагається приготувати 25%.

Точні розчини характеризуються розмірністю молярної (моль/л), моляльної (моль/кг), нормальної (г.екв/л, вал/л) концентрації і титру (Т). Для отримання розчинів точної концентрації застосовують початкові речовини кваліфікації "х.ч.", що суворо відповідають своїй хімічній формулі, стійкі до дії світла і води, негігроскопічні, не взаємодіючі з вуглекислим газом повітря, мають велику молекулярну масу (ця обставина дозволяє звести до мінімуму технічну помилку зважування); фіксанали; точний мірний посуд і ваги для дуже точного зважування (аналітичні, полумікрохімічні, мікрохімічні). Оскільки не завжди вдається отримати точний розчин потрібної концентрації шляхом розчинення приготованої наважки речовини або вмісту деяких ампул (фіксаналів), його доводиться перевіряти шляхом титрування, знаходити коефіцієнт поправки і при необхідності виправляти.

Приклади рішення типових завдань

Розрахунки масової долі в розчині

Формула, що виражає масову долю компонента в розчині (процентну концентрацію) :

$$\omega = C\% = \frac{m_{\text{в-ва}}}{m_{\text{р-ра}}} 100\%$$

де: - маса розчиненої речовини, г;

- маса розчину, г;

$$m_{\text{р-ра}} = m_{\text{в-ва}} + m_{\text{р-ля}}$$

де: - $m_{\text{р-ля}}$ маса розчинника, р.

Приклад 1. Розрахувати масову долю компонента в розчині, отриманого розчиненням 80г цукру в 160г води.

Рішення:.

$$m_{p-pa} = m_{H_2O} + m_{сахара} = 160 + 80 = 240 \text{ г}$$

$$\omega = C\% = \frac{80}{240} 100\% = 33,3\%$$

Приклад 2. Розрахувати маси кухарської солі і води, необхідні для приготування 250 г розчину з масовою долею NaCl 2,5%.

Рішення:

$$m_{в-ва} = \frac{m_{p-pa} \cdot \omega}{100\%};$$

$$m_{NaCl} = \frac{250 \cdot 2,5}{100} = 6,25 \text{ г}$$

$$m_{H_2O} = m_{p-pa} - m_{NaCl} = 250 - 6,25 = 243,75 \text{ г}$$

Приклад 3. Розрахувати масову долю HCl в розчині, отриманому змішуванням 300 г розчину HCl з масовою долею 10% та 400 г розчину HCl з масовою долею 20%.

Рішення : Визначаємо маси розчиненого HCl в кожному з розчинів :

$$m_{HCl}^I = \frac{m_{p-pa}^I \cdot \omega}{100\%} = \frac{300 \cdot 10}{100} = 30 \text{ г}$$

$$m_{HCl}^{II} = \frac{m_{p-pa}^{II} \cdot \omega}{100\%} = \frac{400 \cdot 20}{100} = 80 \text{ г}$$

Після змішування маємо:

$$m_{HCl} = m_{HCl}^I + m_{HCl}^{II} = 30 + 80 = 110 \text{ г}$$

Визначення масової долі HCl в розчині:

$$\omega = C\% = \frac{m_{HCl}}{m_{p-pa}} 100\% = 15,7\%.$$

Приклад 4. Яка концентрація сірчаної кислоти в розчині, отриманому змішуванням 200 г розчину з масовою долею 10% сірчаної кислоти і 100 г розчину Na_2SO_4 з масовою долею 5%?

Рішення : Маса отриманого розчину визначається як сума мас змішуваних розчинів :

$$m_{p-pa} = m_{p-pa}^I + m_{p-pa}^{II} = 200 + 100 = 300 \text{ г}$$

Маса розчиненої H_2SO_4 визначається з першого розчину:

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{m_{p-pa}^I \cdot \omega}{100\%} = \frac{200 \cdot 10}{100} = 20 \text{ г}$$

Визначаємо масову долю H_2SO_4 в отриманому розчині:

$$\omega = \frac{m_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{m_{p-pa}} \cdot 100\% = \frac{20 \cdot 100\%}{300} = 6,67\%.$$

Розрахунки молярної концентрації розчину

Формула для розрахунку молярної концентрації розчину

$$C = \frac{m_{\text{р-ва}} \cdot 1000}{M_{\text{р-ва}} \cdot V},$$

де: $M_{\text{р-ва}}$ - молярна маса розчиненої речовини;

V - об'єм, мл

Приклад 5. Яка маса сірчаної кислоти потрібна для приготування 2л 2М розчину?

Рішення: $M_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 98 \text{ г/моль}$; $m_{\text{р-ва}} = CM_{\text{р-ва}}V$, де V виражений в літрах.

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 2 \cdot 98 \cdot 2 = 392 \text{ г}$$

Приклад 6. 250 мл розчину містить 7 г КОН. Яка молярна концентрація розчину?

Рішення: $M_{\text{KOH}} = 56 \text{ г/моль}$;

$$C_M = \frac{m_{\text{KOH}} \cdot 1000}{M_{\text{KOH}} V} = \frac{7 \cdot 1000}{56 \cdot 250} = 0,5 \text{ моль/л.}$$

Розбавлення розчинів

Виведемо формулу для розрахунків при розбавленні розчинів, враховуючи, що концентрація при розбавленні розчинів, може бути виражена будь-яким способом, а також виходячи з того, що при розбавленні розчинів постійною залишається маса розчиненої речовини.

Знайдемо вираження для маси розчиненої речовини, виходячи з формул для розрахунку $C\%(\omega)$, C , C_H :

$$m_{\text{р-ва}} = \frac{\omega \cdot m_{\text{р-ра}}}{100\%}, \text{ а так как } m_{\text{р-ра}} = V\rho,$$

то $m_{\text{р-ва}} = \frac{\omega \cdot V\rho}{100\%}$, де ρ – щільність розчину, г/мл;

$$m_{\text{р-ва}} = \frac{CM_{\text{р-ва}}V'}{1000}; \quad m_{\text{р-ва}} = \frac{C_H \mathcal{E}_{\text{р-ва}}V''}{1000}.$$

Прирівнюємо праві частини рівнянь:

$$\frac{\omega \cdot V\rho}{100\%} = \frac{CM_{\text{р-ва}}V'}{1000} = \frac{C_H \mathcal{E}_{\text{р-ва}}V''}{1000}.$$

Отримане рівняння і є рівнянням для розрахунків при розбавленні розчинів.

Приклад 7. Скільки мілілітрів розчину з масовою долею H_2SO_4 98% ($\rho=1,84$ г/мл) потрібно для приготування 300 мл 3 н. розчину цієї кислоти?

Рішення: Скористаємося першим членом наведеного вище рівняння для концентрованого початкового розчину кислоти і третім членом - для приготування розбавленого розчину сірчаної кислоти :

$$\frac{\omega \cdot V\rho}{100\%} = \frac{C_H \mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4}V'}{1000},$$

де: $\omega=98\%$, $C_H=3$ моль/л;

V – невідомий об'єм початкового розчину;

$\rho=1,84$ г/мл;

$V'=300$ мл;

$$\mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{2} = \frac{98}{2} = 49 \text{ г/моль}.$$

$$\text{Звідси: } V = \frac{C_H \mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4}V' \cdot 100\%}{\omega \cdot 1000\rho} = \frac{3 \cdot 49 \cdot 300 \cdot 100}{98 \cdot 1000 \cdot 1,84} = 24,46 \text{ мл}.$$

Перехід від одного способу вираження концентрації розчину до іншого.

При переході від одного способу вираження концентрації до іншого залишаються постійними не лише маса розчиненої речовини, але і об'єм, тобто

$$V = V' = V''.$$

Попередня формула набирає наступного вигляду:

$$\frac{\omega\rho}{100\%} = \frac{CM_{\text{в-ва}}}{1000} = \frac{C_{\text{НЭ}}\text{Э}_{\text{в-ва}}}{1000}.$$

Приклад 8. Визначити молярну концентрацію розчину з масовою долею HCl 36,5% ($\rho=1,18$ г/мл).

Рішення: Скористаємося першим і другим членами останнього рівняння і отримаємо вираження для визначення молярної концентрації розчину :

$$C = \frac{\omega\rho \cdot 1000}{100\% \cdot M_{\text{HCl}}} = \frac{36,5 \cdot 1,18 \cdot 1000}{100 \cdot 36,5} = 11,8 \text{ моль/л.}$$

Способи виправлення розчинів

Способи виправлення розчинів базуються на розрахунку коефіцієнта (чинника) поправки. Коефіцієнт поправки - це число, яке показує, в скільки разів цей розчин відрізняється від близького до нього по концентрації точного розчину певної нормальності (0,1 н; 0,01 н та ін.).

Визначення коефіцієнта поправки (К) дає можливість отримати потрібну концентрацію розчину - додаванням води або реактиву. Коефіцієнт поправки найчастіше встановлюють по відношенню об'ємів що взаємодіють точного певної нормальності і випробовуваного

Техніка визначення коефіцієнтів поправки для децинормальних розчинів. Один з розчинів (зручніше випробовуваний) наливають у бюретку. Приблизно 35-50 мл точного розчину з бутля відливають в суху чисту посудину (колбу). З посудини відбирають (бажано піпеткою Мору) в три конічні колби або хімічних склянки (паралельні проби) три порції точно

відміряних об'ємів рідини (частіше по 10 мл) для проведення подальшого титрування.

До відміряних порцій розчину додають відповідний індикатор і роблять титрування. Результати записують. Якщо вони виявляються близькими (розбіжність між пробами не перевищує 0,1 мл, максимум 0,2 мл), розраховують середньо-арифметичну величину. Якщо ж розбіжність в результатах титрування значніше, потрібне протитровать ще одну пробу, відкинути ті титрування проби з результатами (мабуть, в цьому випадку припустилася технічної помилки), що відрізняються, і визначити середню величину з трьох близько співпадаючих результатів титрування. Одже, потрібно протитровать ще одну пробу, відкинути ці титрування проби з результатами (мабуть, в цьому випадку припустилася технічної помилки), що відрізняються, і визначити середню величину з трьох близько співпадаючих результатів титрування. Залишки точного розчину з посудини, в яку відлила його частина, видаляють (опускати піпетки або вливати раніше відлиту рідину в основну масу точного розчину категорично забороняється!) і роблять розрахунок.

Розрахунок. Оскільки K - це число, що показує, в скільки разів цей розчин відрізняється від близького до нього по концентрації розчину точної нормальності, його визначають, розраховуючи відношення об'єму розчину (V_r) (строго певній нормальності), що титрує, до об'єму випробовуваного розчину ($V_{\text{вип.}}$): $K = V_r / V_{\text{вип.}}$

При взаємодії точного розчину, що перевіряється, можуть мати місце три випадки:

1. Розчини взаємодіяли в однакових об'ємах. Наприклад, на титрування 10,0 мл 0,1 н розчину пішло 10,0 мл досліджуваного розчину. Вже на підставі одного цього можна зробити висновок, що нормальність їх однакова, і випробовуваний розчин строго децинормальний: $K = 10,0 \text{ мл} : 10,0 \text{ мл} = 1,00$.

2. На взаємодію з певним об'ємом точного розчину пішов менший об'єм досліджуваного розчину. Наприклад, на 10 мл 0,1 н пішло 9,5 мл досліджуваного розчину : $K = 10,0 \text{ мл} : 9,5 \text{ мл} = 1,05$.

3. На взаємодію з певним об'ємом точного розчину пішов більший об'єм досліджуваного розчину. Наприклад, на 10 мл 0,1 н пошло 10,5 мл досліджуваного розчину : $K = 10,0 \text{ мл} : 10,5 \text{ мл} = 0,95$.

Коефіцієнт поправки більше одиниці, якщо досліджуваний розчин концентрованіше точного певної нормальності, і менше одиниці, якщо досліджуваний розчин відносно розбавлений (тобто якщо концентрація його менша, ніж у розчині порівняння). Коефіцієнт поправки прийнято розраховувати з точністю до другого знаку після коми.

У практичній роботі чинник поправки широко застосовують при титруванні так званими встановленими розчинами. В цьому випадку результати кожного титрування множать на значення K і таким чином визначають, скільки було б витрачено на титрування не приблизного, а точного розчину певної нормальності (наприклад, децинормального). Оскільки множити на числа, що дещо перевищують одиницю (наприклад, $1,01 \cdot 1,03$ і тому подібне), зручніше, ніж на величину менше одиниці ($0,97 \cdot 0,98$ і тому подібне), а виправляти більше концентровані розчини легше, ніж розчини менше одиниці ($0,97 \cdot 0,98$ і тому подібне), а виправляти більше концентровані розчини легше, ніж розчини меншої концентрації.

Виправлення розчинів коефіцієнт поправки яких більше 1.

Такі розчини більш концентровані і, отже, потребують розбавлення. Коефіцієнт поправки показує, в скільки разів цей розчин міцніший за розчин певної концентрації (наприклад, децинормального). Цей спосіб виправлення надзвичайно простий, у зв'язку з чим у ряді випадків вважають за краще готувати розчини міцніші.

Приклад. На титрування 5 мл точного 0,1 н розчину HCl пішло 4,6 мл розчину NaOH. Усього розчину NaOH 200,0 мл Спочатку знаходять K, а потім різницю між його чисельним значенням і

$$1) 5,0 : 4,6 = 1,086 \quad (K = 1,086).$$

$$2) 1,086 - 1,000 = 0,086.$$

Це означає, що 0,086 мл води слід додати до кожного мл лугу, щоб зробити концентрацію розчину лугу рівною точно 0,1-нормальною.

Розраховують додатковий об'єм води, який треба додати до наявного розчину : $200 \cdot 0,086 = 17,2$ (мл).

Аналогічний розрахунок може бути застосований і тоді, коли первинна концентрація початкового розчину взагалі невідома.

Приклад. Треба приготувати 0,1 н розчин їдкою натру. У лабораторії є бутель, на дні якої міститься декілька кристалів препарату, що прилипли до нього. Для розчинення кристалів у бутель налито приблизительно 100-150 мл дистильованої води. Отриманий розчин невідомої концентрації. На титрування 10 мл цього розчину пішло 40,5 мл 0,1 н(!) кислоти. Коефіцієнт поправки розчину лугу рівний:

$$K = 40,5 \text{ мл} : 10,0 \text{ мл} = 4,05.$$

Значить, розчин опинився в 4,05 разу концентрованіше децинормального і має бути розведений в 4,05 разу. Отже, до кожного мілілітру розчину потрібно додати по 3,05 мл води.

Виправлення розчинів коефіцієнт поправки яких менше 1.

Очевидно, в таких розчинах бракує якоїсь частини грам-еквівалента (г-екв). Цю бракуючу частину можна легко визначити, якщо розрахувати різницю між титром розчину певної нормальності (теоретичний титр) і титром цього розчину.

Отримана величина показує, скільки речовини (г) потрібно додати до 1 мл розчину для доведення його до концентрації заданої нормальності.

Приклад. Чинник поправки 0,1 н розчину NaOH = 0,90. Об'єм розчину складає 1900 мл. Вимагається привести розчин до 0,1 н.

г-екв NaOH = 40 г.

Звідси теоретичний титр (Т) для 0,1 н розчину 0,0040. Практичний титр (Т - К) розчину в наведеному прикладі рівний $0,0040 - 0,9 = 0,0036$ г/мл. Різниця між теоретичним і практичним титром складає: $0,0040 - 0,0036 = 0,0004$. Оскільки об'єм усього розчину 1900 мл, для його виправлення до нього слід додати NaOH в кількості $1900 \cdot 0,0004 = 0,76$ (г).

Приготування розчинів точної санти-, мілі- і іншої нормальності шляхом розбавлення 0,1 н розчинів, що мають чинник поправки.

Якщо з неточно приготованих децинормальних розчинів готують більше розбавлені, відповідні розведення роблять з урахуванням чинника поправки децинормального розчину.

У тих випадках, коли розчин виявляється відносно концентрованіше, чим строго децинормальний (з К більше 1), для приготування санинормального необхідно узяти початкового розчину в стільки разів менше в порівнянні з 0,1 н, в скільки він концентрованіше.

Спочатку розраховують, скільки всього знадобиться 0,1 н(!) розчину, і знайдений об'єм ділять на чинник (К) поправки. Нехай, наприклад, вимагається приготувати 100 мл 0,01 н розчину з 0,1 н розчину з $K = 1,05$. Якби розчин був точним (0,1 н), слід було б узяти його 10,0 мл, внести в мірну колбу і довести водою до 100 мл; але оскільки наявний розчин концентрованіше точного в 1,05 разу, його необхідно узяти не 10,0 мл, а $10,0 \text{ мл} : 1,05 = 9,52 \text{ мл}$

Якщо ж розчин відносно розбавлений (К менше 1, наприклад 0,90), то при діленні 10,0 мл на К об'єм розчину збільшується в стільки разів, в скільки цей розчин більш розбавлений за точно децинормальний: $10,0 : 0,90 = 11,1$ (мл).

Таким чином, при приготуванні розбавлених розчинів, що титрують, з більше концентрованих розраховують об'єм розчину точної нормальності і отримане число ділять на показник К досліджуваного розчину. Значення

титру (Т) виражаються числом з чотирма значущими цифрами. Нехай, наприклад, в 1 л розчину міститься 5,843 г сірчаної кислоти; звідси титр його рівний:

$$T = 5,843 : 1000 = 0,005843 \text{ (г/мл)}.$$

Практично важливим видається приготування точних розчинів кальцію хлориду (дуже гігроскопічної речовини, використовуваної для виконання коагулологічних, біохімічних і деяких інших досліджень) і трихлороцетової кислоти (ТХУ).

Застосовуючи так звані "перехідні" формули, стає можливим переходити з окремих видів точної концентрації до концентрації не точної і навішуванню речовини (Р) у будь-якому об'ємі розчину. З цією метою використовують чисельні значення нормальності (N), грам-еквівалента(Е), молярності (М), грам-молекулярної маси (моль, г-моль), титру (Т) і об'єму розчину.

Якщо в мірній колбі готують який-небудь розчин; то спочатку насипають або наливають через лійку речовину, що розчиняється, і залишки її у лійці ретельно, без втрат, змивають невеликими порціями води. Потім наповнюють колбу до половини водою, обережно струшуючи, перемішують її вміст до повного розчинення і доливають воду, як вказано вище.

При пересипанні через лійку подрібнених твердих речовин слід застосовувати тільки суху лійку, причому висипати всю наважку відразу не рекомендується. Краще висипати поступово, злегка струшуючи лійку легкими ударами пальців. При швидкому висипанні наважки може трапитися, що порошок застрягне в трубці лійки, і перевести його в колбу буде важче. Ніколи не слід починати обмивання лійки перш, ніж вся наважка з неї не висипеться в колбу. Для введення в мірну колбу подрібнених речовин зручно застосовувати хімічну лійку з укороченим кінцем.

Мірні колби служать для розбавлення всякого роду розчинів до певного об'єму або ж для розчинення якої-небудь речовини в певному об'ємі відповідного розчинника.

Воду або іншу рідину наливають в мірну колбу до тих пір, поки нижній меніск не досягне рівня. Оскільки відразу налити потрібний об'єм рідини складно, то спершу наливають її на 0,1—1 см нижче, після чого доводять до мітки, додаючи рідину по краплях.

Розчин в мірній колбі потрібно перемішувати дуже обережно багатократним перевертанням. Перш за все, слід переконатися, чи міцно закрита колба і чи при перевертання її не витікатиме рідина. Мірну колбу можна тримати тільки за шийку, притримуючи великим і середнім пальцями правої руки, одночасно притискуючи корок вказівним пальцем. Абсолютно неприпустимо тримати вимірювальну колбу за кулю, оскільки це викликає нагрівання колби з рідиною і зміну об'єму. останньою.

5. МАТЕРІАЛИ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Що таке розчин?
2. Які різновиди рідких розчинів вам відомі?
3. Які різновиди дисперсних систем вам відомі?
4. Що таке розчинність та як вона визначається?
5. На які різновиди поділяють розчини за точністю вираження?
6. Що таке масова концентрація, масове та об'ємне відношення?
7. Розмірність яких розчинів визначають масовою концентрацією, масовим та об'ємним відношенням?
8. Що таке точні розчини? Які різновиди розмірності таких розчинів Вам відомі?
9. Які способи виправлення розчинів Вам відомі?

ЗАНЯТТЯ № 11

1.ТЕМА. Підсумковий контроль з модулю 1. «Організація роботи лабораторії»

ПЕРЕЛІК ТЕОРЕТИЧНИХ ПИТАНЬ ДО ПІДСУМКОВИХ МОДУЛЬНИХ КОНТРОЛІВ З ДИСЦИПЛІНИ

Модуль 1. Організація роботи лабораторії.

Змістовий модуль 1.

Лабораторний посуд та обладнання

1. Роль лаборанта, його права та обов'язки.
2. Правила роботи в лабораторії медичного профілю.
3. Санітарно-гігієнічні вимоги до приміщень лабораторії.
4. Різновиди хімічного посуду та правила користування ним.
5. Різні види піпеток та техніка роботи з ними.
6. Способи миття та сушки хімічного посуду.
7. Правила користування хімічним посудом.
8. Будова та техніка роботи з лабораторними нагрівальними приладами.

Змістовий модуль 2.

Методи ототожнювання речовин. Ваги. Реактиви. Розчини.

9. Аптечні ваги. Правила зважування.
10. Технохімічні ваги. Правила зважування.
11. Будова аналітичних вагів. Правила зважування.
12. Торсійні ваги. Правила зважування.
13. Основні поняття про розчини. Класифікація розчинів.
14. Способи вираження концентрації розчинів: відсоткова концентрація, молярна доля, молярність, нормальність, молярність, титр.
15. Техніка приготування розчинів
16. Приготування розбавлених розчинів.
17. Приготування точних розчинів.
18. Приготування молярних розчинів.
19. Приготування нормальних розчинів.
20. Приготування стандартних розчинів.
21. Приготування розчинів з фіксаналів.

ОЦІНЮВАННЯ УСПІШНОСТІ СТУДЕНТІВ

Оцінка за модуль визначається як сума оцінок поточної навчальної діяльності (у балах) та оцінки підсумкового модульного контролю (у балах), яка виставляється при оцінюванні теоретичних знань та практичних навичок відповідно до переліків, визначених програмою дисципліни.

Максимальна кількість балів, яку студент може набрати при вивченні кожного модуля, становить 200, в тому числі за поточну навчальну діяльність - 120 балів. Підсумковий модульний контроль здійснюється по завершенню вивчення всіх тем модуля на останньому контрольному занятті з модуля. Форми проведення підсумкового контролю мають бути стандартизованими і включати контроль теоретичної та практичної підготовки. Максимальна кількість балів, яку може набрати студент при складанні підсумкового модульного контролю, становить 80. Підсумковий модульний контроль вважається зарахованим, якщо студент набрав не менше 50 балів.

Для оцінювання поточної навчальної діяльності встановлюється єдина шкала, яка визначає фіксовані значення для максимально можливої та мінімально необхідної кількості балів (110 балів, якщо поточні оцінки - «відмінно» та 60 балів, якщо поточні - «задовільно». До 110 максимальних балів можуть додаватись бали за індивідуальну роботу - не більше 10).

Бали за поточну успішність прив'язуються до середньої арифметичної оцінки за традиційною п'ятибальною системою незалежно від кількості занять в модулі.

Остаточна конвертація середньої арифметичної в кількість балів за КМСОНП проводиться перед підсумковим модульним контролем відповідно наступної таблиці:

Середня арифметична оцінка за п'ятибальною шкалою	Бали ЕСТ8	Середня арифметична оцінка за п'ятибальною шкалою	Бали ЕСТ8
4,97-5	110	3,97-4,0	85
4,93-4,96	109	3,93-3,96	84
4,89-4,92	108	3,89-3,92	83

4,85-4,88	107	3,85-3,88	82
4,81-4,84	106	3,81-3,84	81
4,77-4,8	105	3,77-3,80	80
4,73-4,76	104	3,73-3,76	79
4,69-4,72	103	3,69-3,72	78
4,65-4,68	102	3,65-3,68	77
4,61-4,64	101	3,61-3,64	76
4,57-4,6	100	3,57-3,60	75
4,53-4,56	99	3,53-3,56	74
4,49-4,52	98	3,49-3,52	73
4,45-4,48	97	3,45-3,48	72
4,41-4,44	96	3,41-3,44	71
4,37-4,4	95	3,37-3,40	70
4,33-4,36	94	3,33-3,36	69
4,29-4,32	93	3,29-3,32	68
4,25-4,28	92	3,25-3,28	67
4,21-4,24	91	3,21-3,24	66
4,17-4,20	90	3,17-3,20	65
4,13-4,16	89	3,13-3,16	64
4,09-4,12	88	3,09-3,12	63
4,05-4,08	87	3,05-3,08	62
4,01-4,04	86	3,01-3,04	61
		3,0	60

Індивідуальна робота студентів оцінюється за кожен вид роботи з урахуванням якості її виконання. Максимальна кількість балів, яка може добавлятися до кількості балів поточної успішності не може перевищувати 10 балів, Конкретна кількість балів за індивідуальну роботу визначається відповідною предметною методичною комісією і залежить від рівня, на якому вона виконана (кафедральний, університетський, міжуніверситетський або республіканський, тощо).

Оцінка з дисципліни виставляється лише студентам, яким зараховані усі модулі з дисципліни. Кількість балів, яку студент набрав з дисципліни, складається з середньої арифметичної кількості балів з усіх модулів дисципліни (сума балів за усі модулі ділиться на кількість модулів дисципліни).

Література:

Основна

1. Бабков А.В, Горшкова Г.Н., Кононов А.М.. Практикум по общей химии с элементами количественного анализа.- М.: Высш.школа, 1978.-168 с.
2. Воскресенский П.И. Техника лабораторных работ. М: Химия, 1973.- 717 с.
- 3.Крючкова Г.М., Лабина А.Я. Руководство к практическим занятиям по технике лабораторных работ.-М.: Медицина,1977.-144с
4. Мецишин І.Ф., Федорик С.Д.. Техніка лабораторних робіт.- Чернівці, 2003.-83 с.
5. Правила по технике безопасности и производственной санитарии при работе в химических лабораториях медицинских учебных заведений.-М.:МЗ СССР, 1982.-68с.
6. Руководство к практическим занятиям по технике лабораторных работ. А.Л. Любина, Ю.М. Семенова, М.Э.Полио, Г.М. Чернобильская Г.М..- М.:Медицина, 1988.-192с.
7. Методичні розробки кафедри.

Додаткова

1. Лабораторные методы исследования в клинике. Справочник под ред. проф. В. В. Меньшикова.- М.: Медицина, 1987.- 368 с.
2. Балаболкин М. Й. Эндокринологія. — М.: Универсум паблішинг,1998.- 582 с.
3. Любина А.Л., Неменова Ю.М., Полюно М.З., Чернобильская Г.М. Руководство к практическим занятиям по технике лабораторных работ. — М.: Медицина, 1988.
4. Воскресенская Е.И. Техника лабораторных работ (пособие для лаборантов). — М.: Химия, 1973.
- 5.Тогузов Р.Т. Хроматография в биологии и медицине. М.: МОЛГМИ, 2003.
6. Рудаков О.Б. Востров И.А. Спутник хроматографиста. — Воронеж: Водолей, 2004. — 528 с.