

ЖИТОМИРСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ІВАНА ФРАНКА
КАФЕДРА БОТАНІКИ, БІОРЕСУРСІВ ТА ЗБЕРЕЖЕННЯ БІОРІЗНОМАНІТТЯ

РОБОЧИЙ ЗОШИТ
для лабораторних занять
з обов'язкової освітньої компоненти
«Техніка лабораторних досліджень»

для підготовки здобувачів
першого (бакалаврського) рівня вищої освіти
галузі знань Е Природничі науки, математика та статистика
спеціальності спеціальності Е1 Біологія та біохімія
за освітньо-професійною програмою: Біологія



Укладачі:
кандидат біологічних наук,
доцент МУЗИКА Лідія,
доктор біологічних наук,
професор ШЕЛЮК Юлія
Розглянуто та схвалено на засіданні
кафедри ботаніки, біоресурсів та
збереження біорізноманіття
Протокол від 05 червня 2026 р. № 31
Завідувач кафедри
_____ Людмила КОНСТАНТИНЕНКО

*Рекомендовано до друку вченою радою Житомирського державного університету імені Івана Франка
(протокол № 12 від 26.06.2026 року)*

Рецензенти:

Першко Ірина – кандидат біологічних наук, доцент, викладач вищої кваліфікаційної категорії Житомирського базового фармацевтичного фахового коледжу Житомирської обласної ради

Житова Олена – доктор біологічних наук, професор, професор кафедри лісового та садово-паркового господарства Поліського національного університету

Астахова Лариса – кандидат біологічних наук, доцент, доцент кафедри ботаніки, біоресурсів та збереження біорізноманіття Житомирського державного університету імені Івана Франка

М-92 Робочий зошит для лабораторних занять з обов'язкової освітньої компоненти «Техніка лабораторних досліджень» для підготовки здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти галузі знань Е Природничі науки, математика та статистика, спеціальності Е1 Біологія та біохімія за освітньо-професійною програмою «Біологія» / Укладачі: Музика Л. В., Шелюк Ю. С. Житомир: Вид-во ЖДУ ім. І. Франка, 2026. 140 с.

Робочий зошит для лабораторних занять включає методичні вказівки для ефективного опрацювання теоретичного матеріалу та виконання лабораторних робіт з обов'язкової освітньої компоненти «Техніка лабораторних досліджень». Зміст видання повністю відповідає діючій навчальній програмі освітньої компоненти та спрямоване на глибоке комплексне засвоєння курсу. Видання підготовлено для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти галузі знань Е Природничі науки, математика та статистика, спеціальності Е1 Біологія та біохімія за освітньо-професійною програмою «Біологія».

© Музика Л.В., уклад., 2026

© Шелюк Ю.С., уклад., 2026

© Житомирський державний університет імені Івана Франка, 2026

УДК 57:378.22(076)

М-92

ЗМІСТ

| | |
|--|-----|
| ВСТУП | 5 |
| ОРГАНІЗАЦІЯ ЛАБОРАТОРНИХ ЗАНЯТЬ | 5 |
| Загальні правила роботи в навчальній лабораторії | 7 |
| Вимоги до ведення лабораторного зошита та структура лабораторного заняття | 7 |
| Правила техніки безпеки при роботі в лабораторії | 8 |
| ЛАБОРАТОРНІ РОБОТИ | 10 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1–2 (4 год.)</i> | 10 |
| Тема: Вимоги до приміщення лабораторій, їх обладнання та устаткування. Організація робочого місця. Правила техніки безпеки під час роботи в лабораторії. Перша допомога в разі нещасних випадків. | 10 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3 (2 год.)</i> | 13 |
| Тема: Лабораторний посуд та допоміжне приладдя..... | 13 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4 (2 год.)</i> | 19 |
| Тема: Догляд за лабораторним посудом. Техніка миття, сушіння, дезінфекції та стерилізації хімічного посуду. | 19 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5–6 (4 год.)</i> | 29 |
| Тема: Техніка роботи з мірним посудом. Калібрування мірного посуду та визначення поправок до його місткості. | 29 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7–8 (4 год.)</i> | 38 |
| Тема: Ваговимірні прилади. Техніка виконання гравіметричного аналізу. | 38 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9 (2 год.)</i> | 52 |
| Тема: Лабораторні нагрівальні прилади. | 52 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 10 (2 год.)</i> | 62 |
| Тема: Техніка мікроскопування..... | 62 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 11 (2 год.)</i> | 73 |
| Тема: Хімічні реактиви. Класифікація, маркування та кваліфікація хімічних реактивів. Правила зберігання хімічних реактивів..... | 73 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 12 (2 год.)</i> | 84 |
| Тема: Фільтрування. Центрифугування..... | 84 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 13–14 (4 год.)</i> | 93 |
| Тема: Способи вираження складу речовин у розчинах. Розрахунки під час приготування розчинів. Розв'язування задач з різних способів виразу складу речовин у розчинах..... | 93 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 15–16 (4 год.)</i> | 103 |
| Тема: Техніка приготування розчинів заданої концентрації. | 103 |

| | |
|--|-----|
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 17 (2 год.)</i> | 109 |
| Тема: Титриметричний аналіз. Обчислення у титриметричних визначеннях. | 109 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 18 (2 год.)</i> | 114 |
| Тема: Техніка титрування. Методи титрування при мікровизначеннях. | 114 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 19 (2 год.)</i> | 119 |
| Тема: Електрохімічні методи аналізу. Потенціометричний метод визначення рН та вмісту іонів в рідинах. | 119 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 20 (2 год.)</i> | 123 |
| Тема: Оптичні методи аналізу. | 123 |
| <i>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 21 (2 год.)</i> | 131 |
| Тема: Хроматографічні методи аналізу. | 131 |
| РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА | 139 |

ВСТУП

Робочий зошит для лабораторних занять є методичним супроводом для здобувачів вищої освіти, які опановують обов'язкову освітню компоненту «Техніка лабораторних досліджень». Видання містить основні рекомендації щодо системного опрацювання теоретичного матеріалу та алгоритмізованого виконання лабораторних робіт для комплексного засвоєння тем курсу. Зошит укладений відповідно до навчальної програми і призначений для студентів спеціальності Е1 Біологія та біохімія.

Метою вивчення освітньої компоненти є формування у здобувачів цілісної системи знань щодо сучасної методології і техніки лабораторних робіт, формування необхідних практичних вмінь та навичок проведення лабораторного дослідження.

Основними завданнями курсу є:

- надати здобувачам вищої освіти знання щодо теоретичних основ сучасної методології і техніки проведення лабораторного дослідження;
- розглянути новітні технології, сучасні прилади, набори реактивів, що використовуються при лабораторних дослідженнях;
- ознайомитися з принципами обладнання лабораторій та організації робочого місця лаборанта;
- сформувати практичні навички проведення безпечного лабораторного дослідження, здатність роботи з хімічними реактивами, посудом та обладнанням різного рівня складності;
- отримати вміння самостійно організовувати робоче місце, планувати та проводити лабораторне дослідження, інтерпретувати, аналізувати, узагальнювати та застосовувати отримані дані.

Освітня компонента складається з двох модулів:

Модуль I. Організація роботи лабораторії. Лабораторні прилади та обладнання. Хімічні реактиви.

Модуль II. Розчини. Титриметричний аналіз. Інструментальні методи аналізу.

Оцінювання здобувачів вищої освіти здійснюється відповідно до «Положення про критерії та порядок оцінювання навчальних досягнень здобувачів вищої освіти Житомирського державного університету імені Івана Франка згідно з Європейською кредитною трансферно-накопичувальною системою» https://zu.edu.ua/offic/ocinjuvannya_zvo.pdf.

Оцінювання навчальних досягнень здобувачів вищої освіти за всіма видами навчальних робіт проводиться за поточним, модульним та підсумковим контролюми.

Шкала оцінювання знань здобувачів вищої освіти

| Оцінка за університетською шкалою | | Оцінка в балах | Оцінка за шкалою ECTS | |
|-----------------------------------|---------------------|----------------|-----------------------|--|
| Екзамен | Залік | | Оцінка | Пояснення |
| <i>Відмінно</i> | <i>Зараховано</i> | 90-100 | A | відмінне виконання лише з незначною кількістю помилок |
| <i>Добре</i> | | 82-89 | B | вище середнього рівня з кількома помилками |
| | | 74-81 | C | в цілому правильне виконання з певною кількістю суттєвих помилок |
| | | 64-73 | D | непогано, але зі значною кількістю недоліків |
| <i>Задовільно</i> | | 60-63 | E | виконання задовольняє мінімальним критеріям |
| <i>Незадовільно</i> | <i>Незараховано</i> | 35-59 | FX | з можливістю повторного складання |
| | | 1-34 | F | з обов'язковим повторним курсом |

Підсумкова оцінка з вивчених модулів за навчальний рік (ПОМ) розраховується:

| № модулю | $M_{\%n}$ (відсоткове значення модулю освітньої компоненти) |
|----------|---|
| Модуль 1 | $M_{\%1} = 50,0 \%$ |
| Модуль 2 | $M_{\%2} = 50,0 \%$ |
| Сума | 100 |

ЕКЗАМЕН

Оскільки формою підсумкового контролю освітньої компоненти є екзамен, то здобувачі вищої освіти в яких підсумкова оцінка з вивчених модулів (ПОМ) за семестр становить 60 і більше балів, мають право не складати екзамен. У такому разі підсумкова оцінка з вивчених модулів (ПОМ) = Екзаменаційній оцінці (ЕО) = Підсумковій оцінці (ПО).

$$ПОМ = ЕО = ПО$$

У випадку складання екзамену підсумкова оцінка (ПО) визначається як середнє арифметичне балів підсумкової оцінки з вивчених модулів (ПОМ) та екзаменаційної оцінки (ЕО).

$$ПО = (ПОМ + ЕО) / 2$$

Під час роботи з даним виданням здобувачі вищої освіти зобов'язані дотримуватися принципів академічної доброчесності, зокрема: самостійно виконувати практичні завдання, коректно посилатися на джерела при використанні наукової інформації та уникати будь-яких форм плагіату.

Дотримання цих правил є невід'ємною складовою навчального процесу та запорукою формування фахової компетентності майбутнього біолога.

ЗАГАЛЬНІ ПРАВИЛА РОБОТИ В НАВЧАЛЬНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

Організація навчального процесу.

Перед початком лабораторного практикуму здобувачі вищої освіти зобов'язані пройти інструктаж з охорони праці та техніки безпеки, ознайомитися з правилами роботи в лабораторії та підтвердити їх розуміння.

Ефективне та безпечне виконання лабораторних досліджень передбачає дотримання таких вимог:

- ✓ до початку роботи ознайомитися з теоретичними відомостями, метою, завданнями та методикою дослідження;
- ✓ підтримувати чистоту й порядок на робочому місці протягом усього заняття;
- ✓ використовувати лабораторне обладнання, посуд, прилади та реактиви відповідно до методики виконання роботи;
- ✓ уважно виконувати всі експериментальні операції, дотримуючись вимог техніки безпеки;
- ✓ виконувати лабораторну роботу у визначеній послідовності та не вносити змін до методики без погодження з викладачем;
- ✓ застосовувати мінімальні необхідні кількості реактивів, забезпечуючи раціональне використання матеріалів і безпечні умови праці;
- ✓ використовувати мірний посуд та лабораторне обладнання лише за призначенням;
- ✓ уважно спостерігати за перебігом експерименту, фіксувати результати, аналізувати отримані дані та формулювати висновки;
- ✓ своєчасно заносити результати спостережень, вимірювань і розрахунків до лабораторного зошита;
- ✓ після завершення роботи привести в належний стан робоче місце, вимити використаний посуд та вимкнути обладнання.

Лабораторна робота вважається виконаною після перевірки результатів дослідження, оформлення лабораторного зошита та представлення висновків викладачу.

ВИМОГИ ДО ВЕДЕННЯ ЛАБОРАТОРНОГО ЗОШИТА ТА СТРУКТУРА ЛАБОРАТОРНОГО ЗАНЯТТЯ

Лабораторний зошит є основним документом, у якому фіксуються хід виконання роботи, результати досліджень, розрахунки та висновки. Записи в зошиті виконуються охайно, розбірливо та послідовно відповідно до структури лабораторної роботи.

Результати досліджень, спостереження та висновки оформлюються у вигляді таблиць, схем або інших форм подання даних, передбачених методичними рекомендаціями.

Наприкінці заняття лабораторний зошит подається викладачеві для перевірки.

Робоче місце повинно утримуватися в чистоті та порядку. На лабораторному столі дозволяється розміщувати лише матеріали й обладнання, необхідні для виконання роботи.

Структура лабораторного заняття:

- ✓ Перевірка теоретичної підготовки здобувачів освіти (тестовий або усний контроль знань з теми заняття).
- ✓ Перевірка завдань, винесених на самостійне опрацювання.
- ✓ Виконання лабораторної роботи, аналіз отриманих результатів та формулювання висновків.
- ✓ Підсумковий контроль виконаної роботи.

ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ В ЛАБОРАТОРІЇ

Загальні правила:

- ✓ До виконання лабораторних робіт допускаються здобувачі освіти, які пройшли інструктаж з охорони праці, техніки безпеки та ознайомлені з правилами поведінки в лабораторії.
- ✓ Під час роботи в лабораторії необхідно користуватися засобами індивідуального захисту (лабораторним халатом, за потреби – захисними окулярами та рукавичками). При цьому, волосся повинно бути зібране.
- ✓ Перед початком роботи слід переконаватися у справності обладнання, приладів, вентиляції, електромережі та наявності необхідних матеріалів для проведення дослідження. Забороняється працювати з несправним обладнанням, самостійно ремонтувати прилади або змінювати схему проведення досліду без дозволу викладача.
- ✓ На робочому місці повинні знаходитися лише обладнання, реактиви та матеріали, необхідні для виконання поточної лабораторної роботи.
- ✓ Дозволяється виконувати лише ті експерименти та операції, які передбачені методичними рекомендаціями або погоджені з викладачем. Самостійно змінювати методику дослідження, виконувати не передбачені завданням експерименти забороняється.
- ✓ У лабораторії забороняється приймати їжу, напої, палити, користуватися сторонніми предметами та залишати робоче місце без необхідності.
- ✓ Про будь-які несправності обладнання, пошкодження посуду, розлив реактивів або інші небезпечні ситуації необхідно негайно повідомити викладача.
- ✓ Забороняється залишати працюючі прилади без нагляду; використовувати лабораторний посуд не за призначенням; виносити з лабораторії обладнання, реактиви, препарати або досліджуваний матеріал без дозволу викладача;
- ✓ Забороняється виконувати будь-які дії, що можуть створювати небезпеку для учасників освітнього процесу.

Вимоги під час роботи з реактивами:

- ✓ Для проведення досліджень слід використовувати мінімальні кількості реактивів, необхідні для отримання достовірних результатів.
- ✓ Для відбору твердих реактивів використовують шпателі, ложечки або інший спеціальний інструментарій. Забороняється відбирати реактиви руками.
- ✓ Для відбору рідких речовин використовують піпетки, дозатори або інший мірний посуд відповідного призначення.
- ✓ Забороняється набирати реактиви, втягуючи їх у піпетку ротом.
- ✓ Концентровані, леткі, токсичні або подразнювальні речовини необхідно використовувати у витяжній шафі.
- ✓ Під час роботи з кислотами та лугами необхідно уникати їх потрапляння на шкіру, слизові оболонки та одяг.
- ✓ При приготуванні розчинів концентровані кислоти додають до води невеликими порціями при постійному перемішуванні.
- ✓ Ємності з реактивами після використання необхідно щільно закривати та повертати на визначене місце зберігання.
- ✓ Залишки реактивів і лабораторні відходи необхідно утилізувати відповідно до встановлених вимог.

Вимоги безпеки під час роботи зі скляним посудом:

- ✓ Перед використанням скляного посуду необхідно перевіряти його цілісність.
- ✓ Не допускається використання посуду з тріщинами, сколами або іншими пошкодженнями.
- ✓ Під час складання лабораторних установок слід уникати надмірного механічного навантаження на скляні елементи.

- ✓ Гарячий скляний посуд необхідно брати лише за допомогою спеціальних тримачів або термостійких рукавиць.
- ✓ У разі пошкодження скла його уламки необхідно прибирати за допомогою щітки та совка, не торкаючись руками.

Вимоги безпеки під час роботи з електрообладнанням

- ✓ До роботи допускається лише справне електрообладнання.
- ✓ Забороняється користуватися приладами з пошкодженими проводами, вилками або елементами ізоляції.
- ✓ Робота з електроприладами здійснюється сухими руками.
- ✓ Не допускається потрапляння води або реактивів на електричні прилади та елементи електромережі.
- ✓ Після завершення роботи електрообладнання необхідно вимкнути від мережі.
- ✓ У разі виявлення несправностей прилад необхідно негайно відключити та повідомити викладача.

Вимоги безпеки під час роботи з нагрівальними приладами

- ✓ Під час роботи з нагрівальними приладами необхідно дотримуватися особливої обережності.
- ✓ Легкозаймисті речовини не допускається нагрівати на відкритому полум'ї.
- ✓ Під час нагрівання пробірок їх отвір повинен бути спрямований убік від працюючого та інших осіб.
- ✓ Гарячий посуд і нагрівальні прилади необхідно розміщувати лише на спеціальних термостійких підставках.
- ✓ Забороняється залишати нагрівальні прилади без нагляду.
- ✓ Після завершення роботи необхідно вимкнути нагрівальні пристрої та переконатися у відсутності джерел відкритого вогню.

Вимоги безпеки під час роботи з лабораторним обладнанням:

- ✓ Роботу з лабораторними приладами необхідно виконувати відповідно до інструкцій з експлуатації.
- ✓ Центрифугу слід завантажувати рівномірно, дотримуючись правил.
- ✓ Відкривати кришку центрифуги дозволяється лише після повної зупинки ротора.
- ✓ Забороняється торкатися рухомих частин обладнання під час його роботи.
- ✓ Після завершення досліджень обладнання необхідно очистити та привести у безпечний стан.

Вимоги безпеки під час роботи з біологічними об'єктами:

- ✓ Усі біологічні зразки слід розглядати як потенційно небезпечний матеріал.
- ✓ Відбір, транспортування та дослідження біологічних об'єктів необхідно проводити з дотриманням санітарно-гігієнічних вимог.
- ✓ Після завершення роботи всі використані матеріали підлягають знезараженню або утилізації відповідно до встановлених правил.
- ✓ Після контакту з біологічними об'єктами необхідно ретельно вимити руки.

Дії у разі аварійних ситуацій:

- ✓ У разі виникнення аварійної ситуації необхідно негайно припинити роботу та повідомити викладача.
- ✓ При потраплянні реактивів на шкіру або слизові оболонки уражене місце слід негайно промити великою кількістю проточної води.
- ✓ При порізах необхідно обробити рану антисептичним засобом та накласти стерильну пов'язку.
- ✓ У разі опіків, отруєнь, ураження електричним струмом або інших нещасних випадків слід негайно звернутися за медичною допомогою.
- ✓ Аптечка першої допомоги та засоби пожежогасіння повинні знаходитися у доступному місці, а здобувачі освіти мають бути ознайомлені з їх місцезнаходженням.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1–2 (4 год.)

Тема: Вимоги до приміщення лабораторій, їх обладнання та устаткування. Організація робочого місця. Правила техніки безпеки під час роботи в лабораторії. Перша допомога в разі нещасних випадків.

Мета: розглянути вимоги до лабораторних приміщень, обладнання та устаткування, з'ясувати особливості організації робочого місця й правила безпечної роботи в лабораторії, а також засвоїти основи надання домедичної допомоги при нещасних випадках.

Теоретичні питання:

1. Мета, завдання та зміст освітньої компоненти. Обладнання лабораторії та вимоги до лабораторних приміщень.
2. Організація робочого місця лаборанта. Професійні вимоги, права та обов'язки лаборанта.
3. Охорона праці та правила безпечної роботи в лабораторії.
4. Основи надання домедичної допомоги при нещасних випадках.

Завдання для самопідготовки

1. Заповніть схему: «Вимоги до приміщення лабораторії»



2. Заповніть таблицю: «Типи лабораторій та їх призначення»

| Тип лабораторії | Призначення лабораторії | Приклади аналізів |
|-----------------|-------------------------|-------------------|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

3. Заповніть таблицю «Надання домедичної допомоги при нещасних випадках»

| <i>Нещасний випадок</i> | <i>Ознаки</i> | <i>Заходи домедичної допомоги</i> |
|---|---------------|-----------------------------------|
| Отруєння чадним газом (карбон(II) оксидом) | | |
| Отруєння сірководнем (гідроген сульфідом) | | |
| Отруєння оксидами азоту | | |
| Отруєння хлором | | |
| Отруєння оксидами сірки | | |
| Отруєння амоніаком | | |
| Отруєння органічними розчинниками та іншими леткими органічними речовинами | | |
| Інші види отруєнь | | |
| Термічні опіки | | |
| Хімічні опіки | | |
| Опіки очей | | |
| Поранення та порізи | | |

Ситуаційні задачі

1. Під час роботи в лабораторії працівник випадково розбив скляну колбу, яка містила розчин кислоти (лугу). Опишіть покроково алгоритм його подальших дій. Відповідь обґрунтуйте для обох типів розчинів.

2. Лаборант працює із біологічним матеріалом, який випадково розлив під час роботи. Вкажіть, які види біологічного матеріалу можуть використовуватись у лабораторії та опишіть, які заходи необхідно вжити для локалізації забруднення, знезараження робочої поверхні та безпечного завершення роботи для кожного із них.

Контрольні запитання

1. Як слід зберігати великі об'єми концентрованих кислот?
2. Які роботи та дослідження необхідно виконувати у витяжній шафі?
3. Чому під час розведення концентрованої сульфатної кислоти не можна доливати воду до кислоти?
4. Яким лабораторним посудом необхідно користуватися під час розведення концентрованої сірчаної кислоти та змішування речовин, що супроводжується виділенням теплоти?
5. Чому під час переливання кислот необхідно тримати посудину так, щоб етикетка була звернена догори?
6. Як необхідно поводитися із залишками реактивів після завершення роботи?
7. Які речовини заборонено зливати до каналізаційної мережі?
8. У яких випадках не допускається використання води для гасіння пожежі?
9. Як здійснюється вентиляція лабораторного приміщення?
10. Які види засобів індивідуального захисту використовують під час роботи в лабораторії?

ІНСТРУКЦІ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Завдання №1. Дезінфекція робочого місця та рук

Мета: набути практичних навичок проведення дезінфекції рук і робочого місця перед проведенням лабораторного дослідження.

Реактиви та обладнання: дезінфекційний розчин, вата, пінцет.

Хід роботи:

1. Із вати зробіть дві кульки діаметром 1–2 см.

2. Візьміть пінцетом одну ватну кульку та змочіть її дезінфекційним розчином.
3. Обробіть руки у такій послідовності: тильна поверхня кисті, долонна поверхня, міжпальцеві проміжки, нігтьові пластинки та ділянки під нігтями.
4. Використану кульку помістіть у ємність із дезінфекційним розчином.
5. Візьміть другу ватну кульку та повторіть обробку.
6. Вимийте руки з милом.
7. Висушіть руки та за потреби нанесіть захисний крем.

Результати роботи та висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3 (2 год.)

Тема: Лабораторний посуд та допоміжне приладдя.

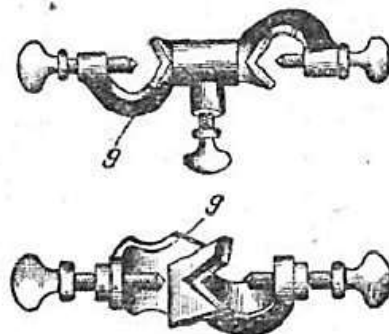
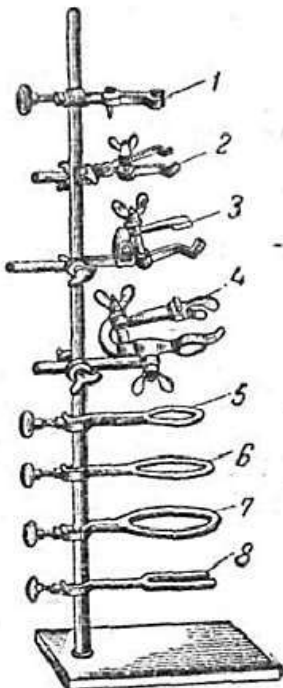
Мета: ознайомитися із основними видами лабораторного посуду та допоміжного обладнання, вивчити їх будову, призначення, особливості експлуатації та правила безпечного використання під час проведення лабораторних досліджень.

Теоретичні питання:

1. Матеріали для виготовлення лабораторного посуду.
2. Класифікація та види лабораторного посуду.
3. Лабораторний посуд загального призначення.
4. Мірний лабораторний посуд.
5. Лабораторний посуд спеціального призначення.
6. Фарфоровий лабораторний посуд та посуд з інших матеріалів.
7. Металеві інструменти та допоміжне обладнання для лабораторних робіт.

Завдання для самопідготовки

1. Розгляньте рисунок. Визначте назву представленого обладнання та підпишіть його складові елементи.



Назва рисунка:

- 1 –
- 2 –
- 3 –
- 4 –
- 5 –
- 6 –
- 7 –
- 8 –
- 9 –

2. Заповніть таблицю «Металеві інструменти лабораторії та їхнє призначення»

| Металеві інструменти | Матеріал виготовлення | Призначення | Приклади застосування |
|----------------------|-----------------------|-------------|-----------------------|
| Затискачі | | | |
| Пінцети | | | |
| Тиглі | | | |
| Металеві ступки | | | |
| Ножиці | | | |
| Ножі | | | |

Контрольні запитання

1. Для яких лабораторних операцій використовують фарфорові чашки і тиглі?
2. Для яких лабораторних операцій застосовують ділильні лійки? Наведіть приклад.
3. У яких випадках використовують бюретки?
4. Які види мірного лабораторного посуду вам відомі?
5. Який із наведеного лабораторного посуду забезпечує більш точне вимірювання об'єму рідини – мірний циліндр чи піпетка? Відповідь обґрунтуйте.

ІНСТРУКЦІЇ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Завдання № 1 Ознайомлення з лабораторним посудом та допоміжним обладнанням

Мета: ознайомитися з основними видами лабораторного посуду та допоміжного обладнання, їх будовою, призначенням і правилами використання.

Обладнання та матеріали:

Скляний лабораторний посуд: пробірки, лійки, стакани, колби (конічні та круглодонні), кристалізатори, промивалки, мірні циліндри, мензурки, піпетки Мора, градуйовані піпетки, мікропіпетки, бюретки, мірні колби, ексікатори, колби Бунзена та Вюрца, поглинальні склянки, дефлегматори, холодильники Лібіха, апарати Кіппа, чашки Петрі.

Фарфоровий посуд: тиглі, випарювальні чашки, ступки з товкачиками, кварта, лійки.

Допоміжне обладнання: лабораторні штативи з лапками, кільцями та муфтами, штативи для пробірок, затискачі Мора та Гофмана, триноги, тигельні й муфельні щипці, пінцети, скальпелі, ножиці, ножі, молотки, металевий дрiт, викрутки тощо.

Хід роботи:

1. Розгляньте зразки лабораторного посуду та допоміжного обладнання. Визначте їх назву та призначення.
2. Зарисуйте об'єкти у робочому зошиті та заповніть таблицю 1.

Таблиця 1

Лабораторний посуд та його призначення

| Вид лабораторного посуду (обладнання) | Рисунок | Призначення |
|---------------------------------------|---------|-------------|
| <i>Загального призначення</i> | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

| | | |
|---------------------------------|--|--|
| | | |
| <i>Спеціального призначення</i> | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| <i>Мірний посуд</i> | | |
| | | |

| | | |
|--------------------------------|--|--|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| <i>Фарфоровий посуд</i> | | |
| | | |
| | | |

| | | |
|---------------------------|--|--|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| <i>Допоміжне приладдя</i> | | |
| | | |
| | | |
| | | |

| | | |
|--|--|--|
| | | |
| | | |

Висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

Тема: Догляд за лабораторним посудом. Техніка миття, сушіння, дезінфекції та стерилізації хімічного посуду.

Мета: ознайомитися із методами очищення, сушіння, контролю якості очищення та стерилізації лабораторного посуду; набути практичних навичок вибору способів підготовки посуду залежно від характеру забруднення та вимог дослідження.

Теоретичні питання:

1. Миття лабораторного посуду:
 - 1.1 Механічне очищення.
 - 1.2 Фізичні методи очищення.
 - 1.3 Фізико-хімічні методи очищення.
 - 1.4 Хімічні методи очищення:
2. Контроль чистоти лабораторного посуду.
3. Способи сушіння лабораторного посуду.
4. Методи дезінфекції та стерилізації лабораторного посуду.
5. Правила зберігання лабораторного посуду.

Питання для самопідготовки

1. Заповніть таблицю «Спеціальні миючі суміші»

| Назва суміші | Склад | Призначення | Особливості використання та зберігання |
|---------------------|-------|-------------|--|
| Хромова суміш | | | |
| Перманганатна суміш | | | |
| Суміш Комаровського | | | |

2. Заповніть таблицю: «Термічна стерилізація лабораторного посуду»

| <i>Спосіб стерилізації, апаратура</i> | <i>Режим стерилізації</i> | <i>Застосування, переваги, недоліки та особливості</i> |
|---|---------------------------|--|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

3. Заповніть таблицю: «Хімічна стерилізація лабораторного посуду»

| <i>Хімічні речовини (розчин)</i> | <i>Режим стерилізації</i> | <i>Призначення та особливості застосування</i> |
|----------------------------------|-------------------------------|--|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

4. Дайте визначення поняттям:

Асептика – _____

Антисептика – _____

Дистиляція – _____

Дезінфекція – _____

Фламбування – _____

Автоклавування – _____

Стерилізація – _____

Пастеризація – _____

Контрольні запитання

1. У яких випадках не рекомендується використовувати хромову суміш для миття лабораторного посуду?
2. Яких правил безпеки слід дотримуватись при роботі з хромовою сумішшю?
3. У чому полягають особливості миття лабораторного посуду сумішшю соляної кислоти і перекису водню?
4. Які особливості миття лабораторного посуду концентрованою сульфатною кислотою і розчинами лугів?
5. Як визначають чистоту лабораторного посуду?
6. Які недоліки мають хімічні методи стерилізації лабораторного посуду?
7. Які заходи передстерилізаційної обробки лабораторного посуду, інструментів, лабораторних матеріалів вам відомі?
8. Як чистота лабораторного посуду впливає на точність і достовірність результатів аналізу?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ

Важливо! Якість результатів лабораторних досліджень значною мірою залежить від правильності підготовки лабораторного посуду, адже навіть незначні залишки речовин на внутрішній поверхні ємностей можуть впливати на склад розчинів, змінювати перебіг хімічних реакцій і спричиняти похибки під час проведення аналізів. На поверхні скляного, порцелянового, металевого та полімерного посуду можуть накопичуватися залишки органічних і неорганічних речовин, жири, смоли, пил та інші забруднення. Частина забруднювальних речовин адсорбується на поверхні матеріалу, а частина здатна переходити в розчини під час подальшого використання посуду.

Особливого значення чистота посуду набуває під час виконання об'ємних вимірювань, оскільки забруднення спричиняють нерівномірне змочування поверхні, утворення крапель на стінках і спотворення форми меніска, що може негативно впливати на точність вимірювань.

Саме тому обов'язковими етапами перед початком лабораторного дослідження є *миття, сушіння, стерилізація та належне зберігання* лабораторного посуду.

! Посуд вважається чистим, якщо на його поверхні відсутні видимі забруднення, а вода після ополіскування стікає рівномірною плівкою, не утворюючи окремих крапель (наявність крапель найчастіше свідчить про залишки жирових речовин на поверхні скла).

Підготовка використаного лабораторного посуду зазвичай включає дезінфекцію, очищення, сушіння та, за необхідності, стерилізацію, для чого використовують миючі та дезінфекційні засоби, дозволені до застосування відповідно до чинних нормативних вимог. Усі ємності з робочими розчинами повинні мати чітке маркування із зазначенням назви препарату, концентрації та дати приготування.

I. Очищення лабораторного посуду.

Очищення посуду рекомендується проводити відразу після завершення роботи. Перед миттям необхідно видалити залишки реактивів і досліджуваних матеріалів. Забороняється зливати в каналізацію розчини, що містять токсичні речовини, важкі метали, органічні розчинники, концентровані кислоти або луги. Такі відходи збирають у спеціально призначені ємності для подальшої утилізації.

Вибір способу очищення залежить від природи забруднення, при цьому враховуються розчинність речовин у воді, кислотах, лугах та органічних розчинниках, а також можливість їх руйнування під дією окисників або нагрівання.

У лабораторній практиці використовують *механічні, фізичні, фізико-хімічні та хімічні методи* очищення посуду.

1. *Механічне очищення* – застосовується для видалення забруднень, які можуть бути усунені механічним шляхом за допомогою щіток, йоржів та промивання водою. При цьому важливо уникати сильного натискання, щоб не пошкодити стінки або дно посуду. Потім після очищення посуд ретельно промивають водою та споліскують дистильованою водою. Для жирових, смолистих і стійких органічних забруднень механічне очищення часто поєднують із використанням мийних засобів або хімічних реагентів.

2. *Фізичні методи* ґрунтуються на використанні гарячої води (ефективна для видалення водорозчинних речовин) або водяної пари (дозволяє усунути залишки воску, парафіну, смолистих сполук та інших важкорозчинних забруднень). Крім очищувальної дії, водяна пара сприяє частковому знезараженню поверхні.

3. *Фізико-хімічне очищення* полягає у використанні мийних засобів, які містять поверхнево-активні речовини, знижують поверхневий натяг води, полегшують відокремлення жирових забруднень і забезпечують якісне очищення поверхні. Для цього можуть застосовуватися розчини мила, синтетичні мийні засоби, сода, фосфатні сполуки та інші дозволені препарати. Дрібні деталі приладів і посуду рекомендується прокип'ятити у мильному розчині, а потім сполоснути гарячою водою. Мильний розчин може використовуватися повторно за умови відсутності значного забруднення та збереження його мийних властивостей.

4. *Хімічне очищення* використовують у випадках, коли звичайне миття не забезпечує необхідної чистоти посуду. Цей метод передбачає очищення посуду за допомогою хімічних речовин:

Для видалення органічних забруднень застосовують органічні розчинники, зокрема ацетон, етиловий спирт, діетиловий етер та інші речовини, здатні розчиняти смоли, жири й продукти органічного походження. При митті такими речовинами посуд слід споліскувати кілька разів невеликими порціями відповідного розчинника, зливаючи їх кожний раз в окрему склянку. Після такої обробки посуд обов'язково промивають водою з мийним засобом і ополіскують дистильованою водою.

!Більшість органічних розчинників вогнебезпечні, тому необхідно працювати з ними при відсутності відкритого вогню.

Для глибокого очищення іноді використовують спеціальні окиснювальні суміші. Однією з них є *хромово суміш*, дія якої ґрунтується на окисненні органічних забруднень до водорозчинних продуктів. Під час роботи з такими речовинами необхідно суворо дотримуватися правил безпеки, оскільки вони мають виражені корозійні властивості та можуть спричиняти хімічні опіки. Більш ефективною є нагріта хромово суміш, тому її незначні об'єми нагрівають в термостійкому посуді до 60°C.

Особливості використання хромової суміші для миття лабораторного посуду:

✓ колби, склянки та інший посуд із широким горлом промивають невеликою кількістю хромової суміші, рівномірно змочуючи нею внутрішню поверхню. Після обробки суміш виливають назад у ємність для зберігання.

✓ дрібний лабораторний посуд повністю занурюють у хромову суміш на 15–20 хвилин, після чого ретельно промивають водою до повного видалення залишків реагенту.

✓ для очищення піпеток хромову суміш вводять усередину за допомогою гумової груші або спеціального дозатора, забезпечуючи контакт розчину з усією внутрішньою поверхнею.

✓ після завершення обробки посуд багаторазово промивають спочатку водопровідною, а потім дистильованою водою.

Свіжоприготовлена хромово суміш має темно-оранжеве забарвлення, проте у процесі використання її окиснювальна активність поступово знижується, що супроводжується зміною кольору на темно-зелений. Така зміна пов'язана з відновленням дихромат-йону $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ до катіону хрому (III) Cr^{3+} і є ознакою виснаження суміші та необхідності її заміни.

Незважаючи на високу ефективність, у сучасній лабораторній практиці хромову суміш застосовують дедалі рідше, що пов'язано з її значною токсичністю, корозійною дією та небезпекою для здоров'я персоналу й навколишнього середовища. До складу суміші входять сполуки шестивалентного хрому, які належать до небезпечних канцерогенних речовин і потребують спеціальних умов використання та утилізації. Тому в більшості лабораторій перевагу надають безпечнішим мийним засобам і сучасним окиснювальним сумішам.

Так, альтернативою хромовій суміші є суміш Комаровського, до складу якої входять розчин 6 М хлоридної кислоти та 5–6 % гідроген пероксид. Суміш Комаровського дуже ефективна при незначному нагріванні до 30–40°C та очищує скляні та полімерні поверхні від забруднень, при цьому не пошкоджуючи скло. Після обробки сумішшю Комаровського посуд слід вимити водою і провести пробу з аргентум нітратом (AgNO_3) з метою виявлення у ній хлорид-іонів.

Також у лабораторіях використовується перманганатна суміш, яка складається з розчину калій перманганату в сульфатній кислоті та використовується як сильний окиснювач для видалення органічних забруднень із поверхні лабораторного посуду. Після обробки посуд ретельно промивають водою до повного видалення залишків реагентів.

Якщо посуд забруднений смолянистими речовинами, його можна мити концентрованою сульфатною кислотою (H_2SO_4) або концентрованим розчином луку (до 40 %) КОН чи NaOH.

У сучасних лабораторіях дедалі ширше застосовують ультразвукові мийки, що особливо ефективно для очищення дрібних деталей та посуду складної форми. Під дією ультразвукових коливань забруднення відокремлюються від поверхні матеріалу та легко видаляються під час подальшого промивання.

II. Сушіння лабораторного посуду

Після завершення миття посуд необхідно висушити таким чином, щоб запобігти його повторному забрудненню. Найпростішим способом є природне сушіння на спеціальних штативах або сушильних столах, за якого посуд розміщують у перевернутому положенні, що забезпечує вільне стікання води та доступ повітря до внутрішньої поверхні.

Штативи-сушки для посуду:

а) звичайні;

б) електричні лабораторні.

Щоб запобігти забрудненню посуду під час сушіння, краще користуватися столами для сушіння, якими є звичайні столи, у кришці яких прорізані отвори різного діаметра.

Для прискорення висушування може використовуватися продування повітрям або попереднє ополіскування спиртом чи ацетоном, які легко випаровуються і сприяють видаленню залишкової вологи.

Методи сушіння при нагріванні. Для швидкого висушування лабораторного посуду використовують електричні сушки, які мають нагрівальний елемент для постійного підтримання підвищеної температури. У лабораторній практиці широко застосовують сушильні шафи. Залежно від призначення посуду його висушують за температури 80–100 °С. Якщо дослідження потребують використання абсолютно сухого посуду, його додатково прогрівають за вищих температур протягом не менше однієї години.

Для охолодження висушений посуд залишають на деякий час у вимкненій сушильній шафі або переносять у спеціальний бокс для зберігання чи у великий ексікатор без осушувача. Для робіт, які пов'язані з використанням цілковито безводних речовин, посуд потрібно прогріти в сушильній шафі при температурі до 200 °С не менше години.

Після сушіння посуд потрібно прибрати у закриті ящики стола. При цьому, великий посуд закривають корками, ватними тампонами або фільтрувальним папером.

III. Дезінфекція та стерилізація лабораторного посуду

Дезінфекція лабораторного посуду – це комплекс заходів, спрямованих на знищення вегетативних форм патогенних і умовно-патогенних мікроорганізмів. Для дезінфекції використовують фізичні методи (кип'ятіння, обробку гарячою водою) та хімічні методи (розчини хлорвмісних препаратів, перекису водню, спиртів, четвертинних амонієвих сполук тощо). Дезінфекцію проводять перед миттям або передстерилізаційною обробкою посуду.

У мікробіологічних, біотехнологічних та медико-біологічних дослідженнях важливим етапом підготовки посуду є стерилізація. Під *стерилізацією* розуміють повне знищення всіх форм мікроорганізмів, включаючи спорові форми. Вибір методу стерилізації залежить від матеріалу виробу, його розмірів та подальшого призначення.

Найпоширенішими є *фізичні методи* стерилізації, до яких належать фламбування (прожарювання у полум'ї), стерилізація сухим жаром та стерилізація водяною парою під тиском. Кип'ятіння використовують переважно для дезінфекції, оскільки воно не забезпечує повного знищення спор мікроорганізмів. Для матеріалів, чутливих до високих температур, застосовують *механічну стерилізацію* шляхом фільтрування через спеціальні мембранні фільтри або хімічні методи, що базуються на використанні дезінфекційних і стерилізаційних розчинів. У спеціалізованих лабораторіях також можуть використовуватися *газова та радіаційна стерилізація*.

Ефективність стерилізації визначається правильним вибором режиму обробки, концентрацією стерилізувального агента, температурою та тривалістю експозиції.

IV. Зберігання лабораторного посуду

Після очищення та висушування лабораторний посуд необхідно правильно зберігати, щоб запобігти його пошкодженню та повторному забрудненню. Скляні вироби розміщують на стелажах або в закритих шафах відповідно до їх розмірів і призначення. Піпетки, бюретки та інші вимірювальні прилади зберігають окремо, у положенні, що виключає їх деформацію або пошкодження.

Пробірки та дрібний посуд рекомендується зберігати в закритих контейнерах або упаковках, які захищають їх від пилу. Робоче місце повинно підтримуватися в чистоті, а всі реактиви та лабораторне обладнання – розташовуватися відповідно до встановлених правил організації лабораторного простору.

Дотримання вимог щодо миття, сушіння, стерилізації та зберігання лабораторного посуду є необхідною умовою забезпечення точності досліджень, безпеки роботи та отримання відтворюваних результатів експерименту.

Практичні алгоритми

Алгоритм миття лабораторного посуду хромовою сумішшю:

1. Видаліть із посуду залишки реактивів і промийте його гарячою водою з використанням щіток або йоржів.
2. Невеликою кількістю хромової суміші змочіть усю внутрішню поверхню посуду.
3. Для очищення піпеток заповніть їх хромовою сумішшю приблизно до половини об'єму за допомогою гумової груші або дозатора.
4. Витримайте посуд у контакті з мийною сумішшю 10–15 хвилин.
5. Поверніть використану хромову суміш у ємність для зберігання.
6. Ретельно промийте посуд водопровідною водою до повного видалення залишків суміші.
7. Сполосніть посуд 2–3 рази дистильованою водою.
8. Перевірте якість миття та висушіть посуд відповідно до його призначення.

Увага! Роботу з хромовою сумішшю слід виконувати у витяжній шафі, використовуючи захисні окуляри, рукавички та лабораторний халат.

Алгоритм миття лабораторного посуду сумішшю Комаровського:

1. Приготуйте суміш Комаровського безпосередньо перед використанням.
2. За необхідності підігрійте суміш до температури 30–40° С.
3. Заповніть посуд сумішшю або ретельно змочіть нею внутрішню поверхню.
4. Витримайте посуд протягом 10–15 хвилин.
5. Злийте суміш у спеціальну ємність для подальшого використання або утилізації.
6. Багаторазово промийте посуд проточною водою.
7. Сполосніть посуд 2–3 рази дистильованою водою.
8. За потреби перевірте відсутність хлорид-іонів реакцією з аргентум нітратом.
9. Висушіть посуд або підготуйте його до подальшого використання.

Алгоритм підготовки нового лабораторного посуду до роботи:

1. Приготуйте теплий розчин миючого засобу.
2. Повністю занурте посуд у розчин і прокип'ятіть його протягом 15 хвилин.
3. Охолодіть посуд і ретельно промийте водопровідною водою.
4. Перенесіть посуд у теплий 1 – 2 % розчин хлоридної кислоти.
5. Прокип'ятіть посуд у кислотному розчині 10–15 хвилин.
6. Охолодіть і промийте посуд водопровідною водою.
7. Двічі сполосніть посуд дистильованою водою.
8. Переконайтеся в чистоті поверхні за рівномірним стіканням води.
9. Висушіть посуд природним способом або в сушильній шафі за температури 100–105 °С.

Алгоритм миття нових градуйованих піпеток:

1. Приготуйте теплий мильний розчин.
2. Заповніть кожну піпетку розчином за допомогою гумової груші.
3. Витримайте піпетки у вертикальному положенні 20–30 хвилин.
4. Ретельно промийте піпетки водопровідною водою.
5. Перенесіть їх у 1–2 % розчин хлоридної кислоти.
6. Прокип'ятіть піпетки протягом 10–15 хвилин.
7. Після охолодження промийте їх водопровідною водою.
8. Двічі сполосніть дистильованою водою.
9. Висушіть піпетки у вертикальному положенні та перевірте якість очищення.

Під час миття та сушіння лабораторного посуду необхідно дотримуватися таких вимог:

1. Лабораторний посуд повинен бути ретельно вимитий та після очищення обов'язково промитий дистильованою водою.
2. Під час використання йоржиків слід працювати обережно, не допускаючи пошкодження дна та стінок скляного посуду.
3. У процесі сушіння необхідно запобігати повторному забрудненню чистого посуду.
4. Органічні розчинники для миття слід використовувати раціонально та економно.

5. Осади й розчини цінних речовин (йоду, срібла, платини, ртуті тощо) перед миттям посуду необхідно збирати в спеціально призначені ємності; їх забороняється утилізувати разом із загальними відходами.
6. Забороняється зливати в каналізацію концентровані кислоти, луги, токсичні речовини, реактиви з різким запахом, хромову суміш, металевий натрій та інші небезпечні хімічні сполуки.
7. Вибір способу очищення посуду повинен здійснюватися з урахуванням характеру забруднення та хімічних властивостей речовин, що містилися в посуді.
8. Під час миття лабораторного посуду необхідно неухильно дотримуватися вимог техніки безпеки та санітарно-гігієнічних норм.
9. Очищення посуду, забрудненого токсичними або особливо небезпечними речовинами, дозволяється лише працівникам або студентам, які пройшли відповідний інструктаж з охорони праці та техніки безпеки. Такі роботи слід виконувати у спеціально відведених місцях, обладнаних витяжною вентиляцією.
10. Посуд, забруднений речовинами з різким або подразнювальним запахом, необхідно мити виключно у витяжній шафі.
11. Особливої обережності слід дотримуватися під час роботи з концентрованими кислотами, лугами, сильними окисниками та хромовою сумішшю. Під час використання органічних розчинників необхідно уникати вдихання їхніх парів, потрапляння речовин на шкіру та одяг, а також враховувати їхню підвищену пожежонебезпечність.
12. За можливості процес миття лабораторного посуду доцільно механізувати або автоматизувати.
13. Для очищення посуду рекомендується застосовувати найбільш ефективні, безпечні та економічно доцільні мийні засоби й матеріали.

ІНСТРУКЦІ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Техніка миття, сушіння та контролю якості лабораторного посуду

Мета: отримати навички правильної техніки очищення, сушіння, контролю якості очищення та стерилізації лабораторного посуду, а також навчитися обирати методи очищення залежно від характеру забруднення та оцінювати ефективність підготовки посуду до лабораторних досліджень.

Реактиви та обладнання: вода, органічні розчинники, миючі засоби, 20 % розчин аміаку, метиловий синій, 2 % розчин карбонату натрію, 1 % спиртовий розчин фенолфталеїну, спирт, 6 М HCl, 5–6 % розчин H₂O₂.

Хімічний посуд і допоміжне приладдя: пробірки, лійки, склянки, колби, циліндри, градуйовані піпетки, бюретки, мірні колби, чашки Петрі, йоржі, щітки, шпатель, сушильна шафа.

Завдання № 1. Оцінка ступеня забруднення лабораторного посуду

Хід роботи:

1. Отримайте у викладача набір забрудненого лабораторного посуду.
2. Проведіть візуальну оцінку стану поверхні.
3. Визначте можливий характер забруднення (органічне, неорганічне, жирове, змішане).
4. Оберіть найбільш доцільний спосіб очищення.
5. Результати роботи занесіть до таблиці.

| Вид посуду | Характер забруднення | Ступінь забруднення | Рекомендований метод (и) очищення |
|------------|----------------------|---------------------|-----------------------------------|
| | | | |

| | | | |
|--|--|--|--|
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

У результатах роботи вкажіть, які види забруднень було виявлено найчастіше та який метод очищення був обраний для більшості зразків і чому? Сформулюйте висновок.

Результати роботи та висновки:

Завдання №2. Миття лабораторного посуду механічним способом

Хід роботи:

1. Отримайте у викладача 2 пробірки, колбу, піпетку та чашку Петрі.
2. Видаліть залишки поживного середовища: рідкі середовища злийте у відповідну ємність, а тверді (агарові) обережно видаліть шпателем.
3. Вимийте лабораторний посуд механічним способом із використанням води та йоржів відповідного розміру.
4. Ретельно промийте посуд та 2–3 рази сполосніть дистильованою водою.
5. Висушіть посуд у сушильній шафі за температури близько 100 °С.

У результатах роботи охарактеризуйте стан лабораторного посуду після очищення та вкажіть, чи вдалося повністю видалити всі забруднення. Сформулюйте висновок.

Результати роботи та висновки:

Завдання №3. Миття лабораторного посуду із застосуванням миючих засобів

Хід роботи:

1. Отримайте у викладача необхідний лабораторний посуд.
2. Очистіть посуд від залишків поживного середовища.
3. Замочіть посуд у мийному розчині на 15 хвилин.
4. Вимийте кожний предмет за допомогою щітки або йоржа. За потреби прокип'ятіть у 2 % розчині карбонату натрію.
5. Ретельно промийте посуд водою та ополосніть дистильованою водою.
6. Висушіть посуд у сушильній шафі за температури 80–85 °С або за кімнатної температури.

У результатах роботи порівняйте ефективність очищення посуду мийними засобами та механічним способом та вкажіть, які забруднення видалялися найефективніше. Сформулюйте висновок.

Результати роботи та висновки:

Завдання № 4. Миття лабораторного посуду із застосуванням органічних розчинників

Хід роботи:

1. Отримайте лабораторний посуд.
2. Промийте посуд кількома порціями відповідного органічного розчинника.
3. Після цього вимийте посуд мийним розчином, промийте водою та ополосніть дистильованою водою.

У результатах роботи вкажіть тип використаного органічного розчинника, поясніть, які забруднення були видалені найефективніше та сформулюйте висновок.

Результати роботи та висновки:

Завдання № 5. Миття градуйованого лабораторного посуду

Піпетки та інший градуйований посуд повинен бути абсолютно чистим і знежиреним, адже на стінках погано знежиреного посуду залишаються крапельки води, у зв'язку з чим фактичний об'єм зливої рідини може бути меншим за об'єм, зазначений на шкалі приладу, що призводить до похибок під час вимірювань.

Хід роботи:

1. Виготовте ватний або марлевий тампон на тонкому сталевому дроті.
2. Промийте піпетку теплою мильною водою за допомогою тампона.
3. За потреби прочистіть канал піпетки мандреном.
4. Прокип'ятіть піпетки у мильному розчині протягом 20–30 хв у емальованій або іншій термостійкій ємності.
5. Промийте водопровідною та дистильованою водою.
6. Висушіть посуд та оцініть його чистоту.

У результатах роботи оцініть якість знежирення піпетки за характером стікання води, поясніть значення чистоти градуйованого посуду для точності вимірювань. Сформулюйте висновок.

Результати роботи та висновки:

Завдання № 6. Контроль якості миття лабораторного посуду. Проба на залишки мийного засобу.

Ця проба виконується одразу після миття посуду до сушіння.

Хід роботи:

1. Відберіть не менше 3 одиниць із партії вимитого посуду для проведення контролю якості миття.
2. Нанесіть декілька крапель 1 % спиртового розчину фенолфталеїну на внутрішню поверхню посуду.
3. Оцініть результат. Рожеве забарвлення свідчить про наявність залишків мийного засобу.

У результатах роботи вкажіть кількість перевірених одиниць посуду, кількість позитивних і негативних проб. Сформулюйте висновок.

Результати роботи: Кількість перевірених одиниць посуду: _____

Кількість позитивних проб: _____

Кількість негативних проб: _____

Висновок:

Завдання № 7. Перевірка чистоти лабораторного посуду за методом Болотова

Метод застосовують для виявлення залишків жирових забруднень на внутрішній поверхні лабораторного посуду.

Хід роботи:

1. Приготуйте суміш Болотова безпосередньо перед аналізом (підігрійте 70 мл 90 % етилового спирту до 60° С. Розчиніть у ньому 0,2 г метилового синього та додайте 10 мл 20 % розчину аміаку і 10 мл води. Все ретельно перемішайте).
2. Омийте стінки посуду приготовленою сумішшю.
3. Злийте суміш назад у ємність та ретельно промийте посуд.
4. Оцініть якість миття: наявність плям свідчить про недостатнє очищення.

У результатах роботи вкажіть, чи виявлено жирові забруднення та на яких зразках. Сформулюйте висновок.

Результати роботи та висновки:**Завдання 8.** Стерилізація лабораторного посуду методом сухого жару**Хід роботи:**

1. Розмістіть лабораторний посуд у сушильній шафі. Піпетки зручно стерилізувати в скляних пеналах, на дно яких необхідно покласти вату, щоб запобігти обламуванню носиків піпеток.
2. Проведіть стерилізацію за одним із режимів: 150 °С – 2,5 год; 160 °С – 2 год; 170°С – 1 год.
3. Час стерилізації відраховуйте після досягнення необхідної температури.

У результатах роботи вкажіть: режим, температуру та тривалість стерилізації.

Результати роботи: режим стерилізації: _____,

температура: _____

тривалість стерилізації: _____

Висновок (обґрунтуйте вибір режиму стерилізації та поясніть значення стерилізації лабораторного посуду):

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5–6 (4 год.)

Тема: Техніка роботи з мірним посудом. Калібрування мірного посуду та визначення поправок до його місткості.

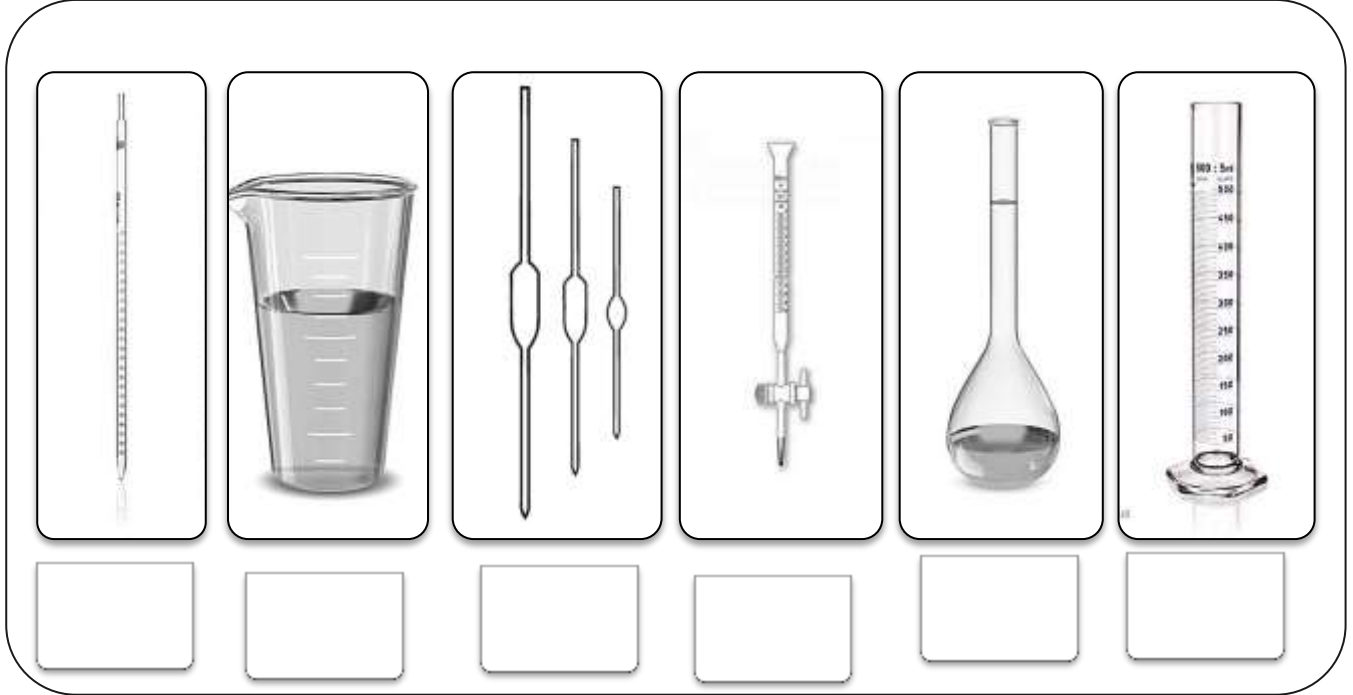
Мета: опанувати техніку роботи із різними видами мірного посуду, набути навички перевірки та калібрування мірного посуду.

Теоретичні питання:

1. Мірний лабораторний посуд та його класифікація.
2. Техніка роботи з піпетками.
3. Техніка роботи з бюретками.
4. Техніка роботи з мірними колбами.
5. Калібрування мірного посуду.

Питання для самопідготовки

1. Розгляньте рисунок. Ідентифікуйте і підпишіть наведеної на ньому лабораторний посуд.



2. Заповніть таблицю «Основні види мірного посуду та їхнє призначення».

| Вид мірного посуду | Призначення | Точність |
|--------------------|-------------|----------|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

3. Дайте визначення поняттям:

Мірний посуд – _____

Піпетка – _____

Бюретка – _____

Титрування – _____

Циліндр – _____

Мензурка – _____

Піпетка Мора – _____

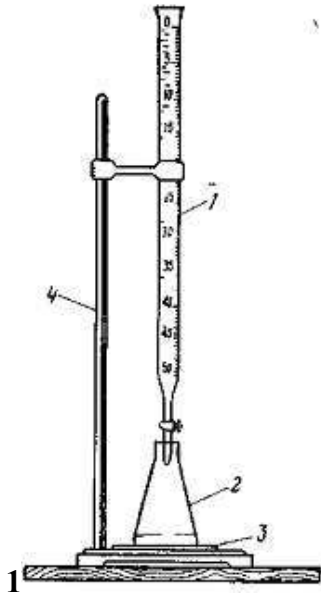
Піпетка Пастера – _____

Мірна колба – _____

4. Підпишіть рисунок.

Назва рисунку:

- 1 –
- 2 –
- 3 –



Контрольні запитання

1. Наведіть правила заповнення піпеток, мікропіпеток безбарвними розчинами.
2. Наведіть правила заповнення піпеток і бюреток забарвленими розчинами.
3. Як витіснити повітря з бюреток?
4. Що таке калібрування?

5. Як перевіряють місткість мірної колби?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ

Мірний посуд – це спеціальний лабораторний посуд, призначений для точного вимірювання, відбору, перенесення та приготування визначених об'ємів рідин.

Залежно від точності вимірювань розрізняють посуд для точного визначення об'єму (мірні колби, піпетки, бюретки) та посуд для орієнтовних вимірювань (мірні циліндри, мензурки).

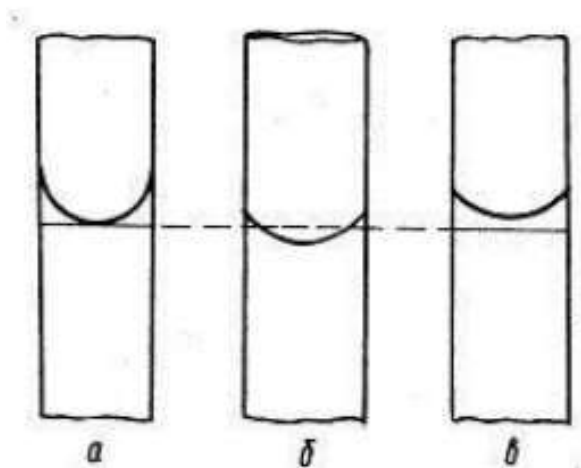
Техніка та алгоритм роботи з бюреткою

Бюретка – градуйована скляна трубка з краном або затискачем, призначена для точного відмірювання об'ємів рідин, переважно під час титриметричного аналізу. Розрізняють бюретки об'ємні, вагові, поршневі, газові й мікробюретки. Зазвичай у біохімічній лабораторії застосовують об'ємні бюретки ємністю 25 см³. Ціна поділки становить 0,1 см³. Перед початком роботи бюретку ретельно миють, ополіскують дистильованою водою, а потім 2–3 рази невеликими порціями розчину, яким її будуть заповнювати. Це необхідно для видалення залишків води, що можуть змінити концентрацію робочого розчину.

Підготовлену бюретку закріплюють у штативі у вертикальному положенні та заповнюють розчином трохи вище нульової позначки. Після заповнення необхідно видалити бульбашки повітря з нижньої частини бюретки та її наконечника, оскільки їх наявність спричиняє значні похибки вимірювань. Для цього відкривають кран або затискач і пропускають невелику кількість розчину через наконечник.

Рівень рідини встановлюють на нульовій поділці. Відлік проводять на рівні очей, щоб уникнути похибки паралакса. Для безбарвних розчинів об'єм визначають за нижнім краєм мениска, а для забарвлених – за верхнім.

Схема правильного та неправильних положень мениска у мірному посуді.



Положення мениска рідини у мірному посуді:

а – правильне; б, в – неправильне

Під час титрування титрант додають поступово, одночасно перемішуючи розчин у приймальній колбі круговими рухами. У міру наближення до точки еквівалентності швидкість додавання титранту зменшують до краплинного режиму. Титрування припиняють після досягнення стійкої зміни забарвлення розчину або іншої ознаки кінцевої точки реакції. Після завершення титрування визначають об'єм витраченого титранту за різницею початкового та кінцевого показників бюретки.

Після роботи бюретку звільняють від розчину, ретельно промивають проточною, а потім дистильованою водою та залишають для висушування.

Алгоритм роботи з бюреткою:

1. Вимити бюретку та ополоснути її дистильованою водою.
2. Двічі–тричі промити бюретку невеликими порціями робочого розчину.

3. Закріпити бюретку строго вертикально у штативі.
4. Встановити лійку та заповнити бюретку розчином трохи вище нульової позначки.
5. Видалити бульбашки повітря з наконечника бюретки.
6. Довести рівень рідини до нульової позначки.
7. Визначити початковий об'єм за положенням меніска.
8. Провести титрування, поступово додаючи титрант до досліджуваного розчину.
9. Зафіксувати кінцевий показник бюретки.
10. Розрахувати об'єм титранту, витрачений на титрування.
11. Після завершення роботи злити розчин, промити бюретку проточною та дистильованою водою.
12. Залишити бюретку для висушування або зберігання відповідно до вимог лабораторії.

Техніка та алгоритм роботи з піпеткою

Піпетка – це мірний лабораторний посуд, призначений для точного відмірювання, відбору та перенесення певного об'єму рідини. Залежно від конструкції розрізняють градуйовані та неградуйовані (піпетки Мора) піпетки.

Градуйовані піпетки мають шкалу поділок і дозволяють вимірювати різні об'єми рідини в межах їхньої місткості. *Неградуйовані* піпетки мають одну калібрувальну мітку та призначені для відбору лише фіксованого об'єму рідини з високою точністю.

Піпетка Мора – різновид градуйованої піпетки, яка має шкалу, що не доходить до кінчика. Відмірювання проводять між двома поділками, а залишок рідини в наконечнику не видаляють.

Мікропіпетки (автоматичні дозатори) використовують для точного відбору малих об'ємів рідин (від кількох мікролітрів до кількох мілілітрів). Відбір і дозування здійснюються за допомогою змінних одноразових наконечників.

Перед використанням піпетку необхідно ретельно вимити, ополоснути дистильованою водою, а потім 2–3 рази невеликою кількістю розчину, об'єм якого буде вимірюватися. Для набору рідини використовують гумову грушу або спеціальний піпет-дозатор. Рідину набирають трохи вище калібрувальної мітки, після чого встановлюють необхідний рівень за меніском. Для безбарвних розчинів відлік проводять за нижнім краєм меніска, для забарвлених – за верхнім.

Під час встановлення рівня рідини піпетку утримують вертикально, а очі спостерігача повинні знаходитися на рівні мітки. Після доведення рівня до потрібної позначки рідину переносять у посуд та дають їй вільно стекти вздовж стінки. Після припинення витікання наконечник піпетки витримують біля стінки посудини 10–15 секунд. При цьому залишок рідини в капілярі не видувають і не струшують, оскільки він врахований під час калібрування піпетки.

Під час роботи піпетку не слід класти на лабораторний стіл. Після завершення вимірювань її промивають проточною та дистильованою водою і поміщають у спеціальний штатив для зберігання.

Алгоритм роботи з піпеткою:

1. Ретельно вимити піпетку та ополоснути її дистильованою водою.
2. Двічі–тричі промити піпетку досліджуваним розчином.
3. Приєднати гумову грушу або дозатор до верхнього кінця піпетки.
4. Тримати піпетку слід строго вертикально, піднімаючи її так, щоб позначка була на рівні очей.
5. Набрати розчин трохи вище калібрувальної мітки.
6. Вийняти піпетку з розчину та витерти її зовнішню поверхню фільтрувальним папером.
7. Встановити рівень рідини за меніском на потрібній позначці.
8. Перенести піпетку до посудини.
9. Дати рідині вільно стекти вздовж стінки посудини. Слід дотримуватись одного й того самого способу виливання рідини під час роботи з піпеткою!

10. Після припинення витікання витримати наконечник біля стінки посудини 10–15 секунд.
11. Не видувати залишок рідини з кінчика піпетки.
12. Після завершення роботи промити піпетку проточною та дистильованою водою.
13. Розмістити піпетку у штативі або спеціальному контейнері для зберігання.

Техніка та алгоритм роботи з мірною колбою

Мірна колба – це плоскодонна колба з вузькою і довгою шийкою, на яку нанесено кільцеву риску та вказана місткість в мілілітрах. Використовують для вимірювання значних постійних об'ємів і приготування у них розчинів точної концентрації.

Перед використанням мірну колбу ретельно миють і ополіскують дистильованою водою. Якщо колбу застосовують для приготування певного розчину, її додатково ополіскують невеликою кількістю цього розчину.

Наповнюють мірну колбу через лійку. Коли рівень рідини досягає приблизно 0,5–1 см нижче калібрувальної мітки, лійку виймають і доводять об'єм до мітки по краплях за допомогою піпетки. Під час встановлення рівня рідини очі спостерігача повинні знаходитися на рівні мітки для запобігання похибці паралакса. Для безбарвних розчинів відлік проводять за нижнім краєм меніска, для забарвлених – за верхнім.

Після доведення об'єму до мітки колбу закривають притертим корком і ретельно перемішують вміст, обережно перевертаючи колбу 15–20 разів. Нагрівати мірні колби не рекомендується, оскільки зміна температури може спричинити деформацію скла та зміну фактичної місткості посудини.

Алгоритм роботи з мірною колбою:

1. Переконатися, що колба чиста та суха.
2. За потреби ополоснути колбу невеликою кількістю розчину, який буде використовуватися.
3. Встановити лійку в шийку колби.
4. Налити розчин у колбу до рівня, що знаходиться приблизно на 0,5–1 см нижче калібрувальної мітки.
5. Вийняти лійку.
6. За допомогою піпетки або крапельниці обережно довести рівень рідини до калібрувальної мітки.
7. Перевірити правильність встановлення меніска, розташувавши очі на рівні мітки.
8. Закрити колбу пробкою.
9. Ретельно перемішати вміст колби, повільно перевертаючи її 15–20 разів.
10. Використати приготовлений розчин за призначенням або зберігати відповідно до вимог методики.
11. Після завершення роботи спорожнити колбу, промити проточною водою та кілька разів ополоснути дистильованою водою.
12. Висушити колбу або розмістити її в спеціальному місці для зберігання лабораторного посуду.

Калібрування мірного посуду.

Точність лабораторних вимірювань значною мірою залежить від відповідності фактичної місткості мірного посуду його номінальному об'єму. Оскільки під час виготовлення та експлуатації посуду можливі незначні відхилення, перед виконанням точних вимірювань проводять його калібрування.

Калібрування мірного посуду – це процедура визначення фактичної місткості посудини шляхом зважування дистильованої води та перерахунку її маси в об'єм з урахуванням густини води за певної температури. Отримані результати дають змогу встановити різницю між номінальним і дійсним об'ємом та, за необхідності, вносити відповідні поправки під час проведення лабораторних досліджень.

Історично літр визначали як об'єм, який займає 1 кг чистої води за температури 4 °С. Нині літр визначається як 1 дм³.

Справжній об'єм мірного посуду визначають за формулою: $V = m / \rho$, де V – об'єм рідини, мл; m – маса води, г; ρ – густина води за відповідної температури, г/мл.

Оскільки густина води залежить від температури, під час калібрування враховують температурні поправки. Отримане значення дозволяє встановити різницю між номінальним та фактичним об'ємом мірного посуду і, за необхідності, вносити відповідні поправки під час виконання лабораторних досліджень.

Дотримання правил роботи з мірним посудом та його періодичне калібрування є необхідною умовою забезпечення точності результатів лабораторних аналізів і наукових досліджень.

Калібрування мірної колби

Для калібрування використовують чисту та суху мірну колбу з притертим корком. Спочатку колбу разом із корком зважують на технічних терезах, після чого колбу заповнюють дистильованою водою до калібрувальної мітки, видаляють краплі води з внутрішньої частини шийки вище мітки та ретельно витирають зовнішню поверхню. Колбу закривають корком і повторно зважують.

Різниця між масою заповненої та порожньої колби відповідає масі води, що міститься в колбі. Визначення виконують щонайменше тричі, після чого обчислюють середню масу води. Фактичний об'єм колби розраховують за формулою, використовуючи значення густини води за температури проведення дослідів. Порівняння отриманого значення з номінальним об'ємом колби дозволяє оцінити точність її градування та визначити величину можливої поправки.

Для визначення об'єму колби одержану середню масу води ділять на масу 1 мл води за даної температури.

Таблиця 1.

Маса 1000 мл дистильованої води за різних температур

| Температура води і повітря, °С | Маса 1000 мл води, г | Виправлення на атмосферний тиск |
|--------------------------------|----------------------|---------------------------------|
| 15 | 997,925 | 0,00142 |
| 16 | 997,798 | 0,00141 |
| 17 | 997,659 | 0,00141 |
| 18 | 997,510 | 0,00140 |
| 19 | 997,349 | 0,00140 |
| 20 | 997,177 | 0,00139 |
| 21 | 996,995 | 0,00139 |
| 22 | 996,802 | 0,00138 |

Для перевірки місткості великих мірних колб у спеціальних метрологічних дослідженнях можуть застосовуватися також непрямі гравіметричні методи, однак у лабораторній практиці найчастіше використовують калібрування дистильованою водою.

Перевірка місткості піпетки

Калібрування піпетки ґрунтується на визначенні маси дистильованої води, що міститься в її номінальному об'ємі. Для цього сухий бюкс із кришкою попередньо зважують на аналітичних терезах. Дистильовану воду витримують у приміщенні вагової кімнати до встановлення температурної рівноваги.

За допомогою піпетки відмірюють необхідний об'єм води, переносять його в бюкс і знову зважують. Вимірювання виконують щонайменше тричі та обчислюють середнє значення маси води. Фактичний об'єм піпетки визначають за формулою: $V = m / \rho$ де: V – фактичний об'єм піпетки, мл; m – середня маса води, г; ρ – густина води за температури дослідів, г/мл.

Визначення ціни поділки

На градуйованій піпетці знайти дві цифри поряд. Записати різницю цих цифр, поділити її на число поділок між ними.

Визначення ціни поділки здійснюють за формулою: $c=(V_2 - V_1) / n$, де:

c – ціна поділки, мл; V_1, V_2 – значення сусідніх числових позначок; n – кількість поділок між ними.

Калібрування бюреток

Калібрування бюретки здійснюють шляхом визначення маси дистильованої води, що витікає між окремими поділками шкали. Для цього бюретку заповнюють водою до нульової позначки, після чого послідовно випускають певні об'єми (наприклад, 10, 15, 20 або 25 мл) у попередньо зважену посудину та визначають масу води.

Фактичний об'єм кожної ділянки бюретки обчислюють за масою води з урахуванням її густини за температури дослідів. Порівняння отриманих значень із показами шкали дозволяє визначити величину поправок для окремих інтервалів бюретки.

За аналогічним принципом виконують калібрування градуйованих піпеток.

ІНСТРУКЦІЇ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Реактиви та обладнання: дистильована вода, термометр, мірна колба об'ємом 100 см³, піпетка Мора (об'ємом 10–25 см³), ваги аналітичні, ваги технохімічні, різноважки, скляний бюкс стакан, піпетка градуйована, мікропіпетки, бюретка, бюретка з краном, бюретка з кулькою, дозатор.

Завдання № 1. Визначення ціни поділки піпетки

Хід роботи:

1. Розгляньте піпетки різного об'єму (1, 2, 5, 10 мл) та автоматичні мікропіпетки.
2. Для градуйованих піпеток визначте ціну поділки, а для мікропіпеток – діапазон дозування. Отримані результати внесіть до таблиці.

| Об'єм піпетки (мл) | Ціна поділки | Об'єм піпетки (мл) | Ціна поділки |
|--------------------|--------------|--------------------|--------------|
| 0,1 | | 2 | |
| 0,2 | | 5 | |
| 1 | | 10 | |

Результати роботи та висновки:

Завдання № 2. Відмірювання заданих об'ємів рідини за допомогою піпеток

Хід роботи:

1. Візьміть піпетки, об'ємом 1, 2, 5 та 10 мл.
2. Дотримуючись правил роботи відміряйте, відповідно 0,75 мл, 1,88 мл, 4,65 мл, 9,50 мл води. Відміряні об'єми рідин перенесіть у колбу Ерленмейера.
3. Візьміть піпетку Мора на 10 або 20 мл та, дотримуючись правил роботи, відберіть декілька разів піпеткою воду та перенесіть її у колбу.

Результати роботи та висновки:

Завдання № 3. Робота з бюреткою

Хід роботи:

1. Розгляньте бюретки різного об'єму: 25, 50, 100 см³, мікробюретки, визначте ціну поділки кожної з них.
2. Закріпіть вертикально у металевому штативі чисту бюретку.
3. Відміряйте бюреткою 3,80 мл, 5,40 мл, 8,6 мл рідини у колбу Ерленмейера.

Результати роботи:

| Тип бюретки | Місткість | Ціна поділки |
|-------------|-----------|--------------|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Висновок:**Завдання № 4.** Калібрування мірної колби об'ємом 100 мл**Хід роботи:**

1. Зважте чисту суху колбу (щонайменше тричі) і знайдіть середнє значення її маси.
2. Визначте температуру води.
3. Заповніть колбу дистильованою водою до мітки (за нижнім краєм меніску).
4. Видаліть краплини води, що залишились на стінках фільтрувальним папером і зважте заповнену колбу на технохімічних терезах щонайменше тричі.
5. За масою води в колбі (m) обрахуйте об'єм (V) з врахуванням температури і густини води за формулою:

$$V = m / \rho$$

Розрахований об'єм і буде справжнім значенням об'єму колби, яким слід користуватися. У випадку калібрування за температури, відмінної від 20°C, її об'єм приводять до об'єму при 20°C за формулою:

$$V_{20} = m \cdot 1000 / m_t, \text{ де:}$$

m – маса води в мірній колбі за температури t , m_t – маса 1000 мл води за температури t 20°C, V_{20} – справжній об'єм.

Результати роботи:

| № визначення | Маса порожньої колби (г) | Маса колби з водою (г) | Маса води (г) | Об'єм колби (мл) |
|--------------|--------------------------|------------------------|---------------|------------------|
| 1 | | | | |
| 2 | | | | |
| 3 | | | | |
| Середнє | | | | |

Висновок:**Завдання № 5.** Калібрування бюретки**Хід роботи:**

1. Старанно вимийте, висушіть та зважте (попередньо на технохімічних та на аналітичних терезах) скляний бюкс чи стакан.
2. Заповніть бюретку дистильованою водою до мітки (за нижнім краєм меніску).
3. Послідовно випустіть з бюретки визначений об'єм води (наприклад 10,00 мл від нульової мітки) у попередньо зважений бюкс і визначіть його масу.
4. За різницею мас визначіть масу води і вирахуйте об'єм бюретки.
5. Всі визначення проведіть щонайменше тричі і вирахуйте середнє значення.

Результати роботи

| № визначення | Маса порожнього бюкса (г) | Маса бюкса з водою (г) | Маса води (г) | Фактичний об'єм (мл) |
|--------------|---------------------------|------------------------|---------------|----------------------|
| 1 | | | | |
| 2 | | | | |
| 3 | | | | |
| Середнє | | | | |

Висновок:

Завдання № 6. Визначення поправки до місткості мірного посуду**Хід роботи:**

Використайте результати калібрування мірної колби та бюретки.

Визначте фактичний об'єм мірного посуду.

Розрахуйте поправку до місткості за формулою:

$$\Delta V = V_{\text{факт}} - V_{\text{ном}}, \text{ де:}$$

ΔV – поправка до місткості, мл; $V_{\text{факт}}$ – фактичний об'єм посуду, мл; $V_{\text{ном}}$ – номінальний об'єм посуду, мл.

У результатах роботи визначте знак поправки (якщо $\Delta V > 0$ – фактичний об'єм більший за номінальний; якщо $\Delta V < 0$ – фактичний об'єм менший за номінальний). Зробіть висновок щодо точності мірного посуду та можливості його використання для точних вимірювань.

Результати роботи та висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7-8

Тема: Ваговимірювальні прилади. Техніка виконання гравіметричного аналізу.

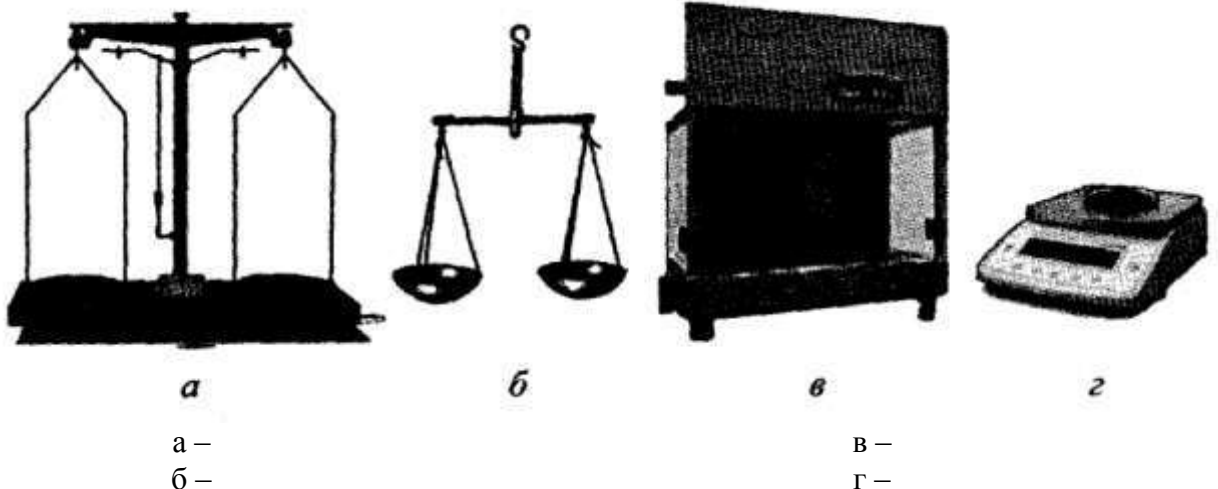
Мета: ознайомитися з класифікацією, будовою, принципом дії та правилами експлуатації лабораторних ваговимірювальних приладів; сформулювати практичні навички зважування на терезах і вагах різних типів; засвоїти принцип та основні етапи виконання гравіметричного аналізу.

Теоретичні питання:

1. Класифікація ваговимірювальних приладів, їх будова та принцип дії.
2. Метрологічні характеристики ваг і терезів.
3. Різноважки та правила роботи з ними.
4. Техніка зважування предметів і відбору наважок на вагах різних типів.
5. Сутність, принцип та основні етапи гравіметричного аналізу.

Питання для самопідготовки

1. Зробіть підписи до рисунків «Види терезів і ваг».



2. Заповніть таблицю: «Класифікація лабораторних ваговимірювальних приладів».

| <i>Ознака, що лежить в основі класифікації</i> | <i>Види приладів</i> |
|--|----------------------|
| За конструкцією | |
| За точністю | |
| За способом монтажу | |
| За видом вказівного пристрою | |
| За способом зняття показань | |

3. Запишіть основні правила зважування.

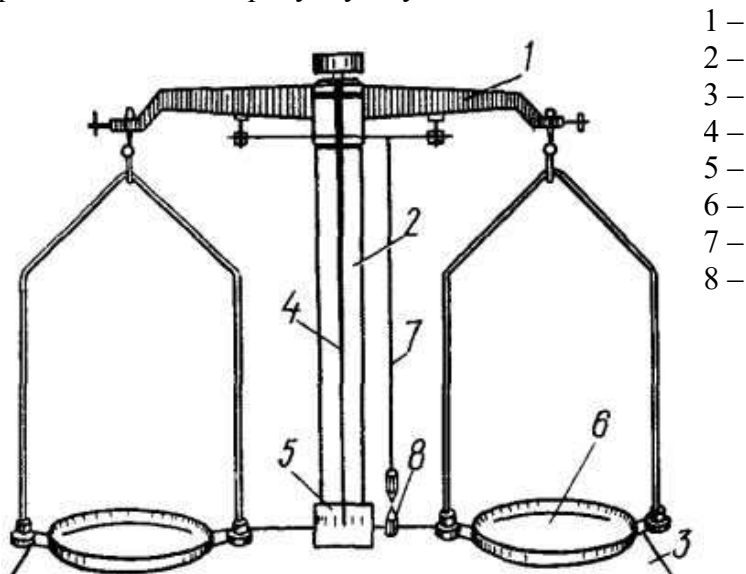
| Аптечні терези |
|----------------|
| |

| Технохімічні терези |
|---------------------|
| |

| Аналітичні терези |
|-------------------|
| |

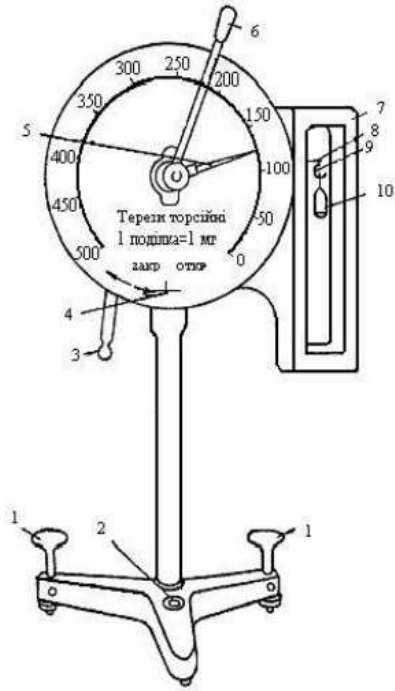
4. Розгляньте різноважки для точного зважування. Зарисуйте міліграмові різноважки та зробіть відповідні позначки.

5. Зробіть підписи до рисунку «Будова технохімічних вагів».



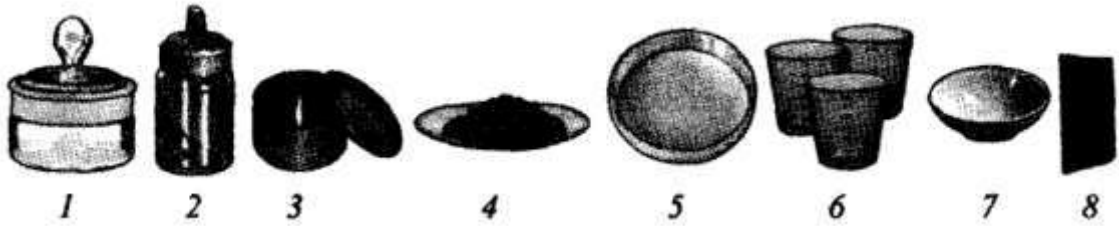
- 1 –
- 2 –
- 3 –
- 4 –
- 5 –
- 6 –
- 7 –
- 8 –

6. Зробіть підписи до рисунку «Будова торсійних терезів».



- 1 –
- 2 –
- 3 –
- 4 –
- 5 –
- 6 –
- 7 –
- 8 –
- 9 –
- 10 –

7. Зробіть підписи до рисунків «Тара для відважування речовин».



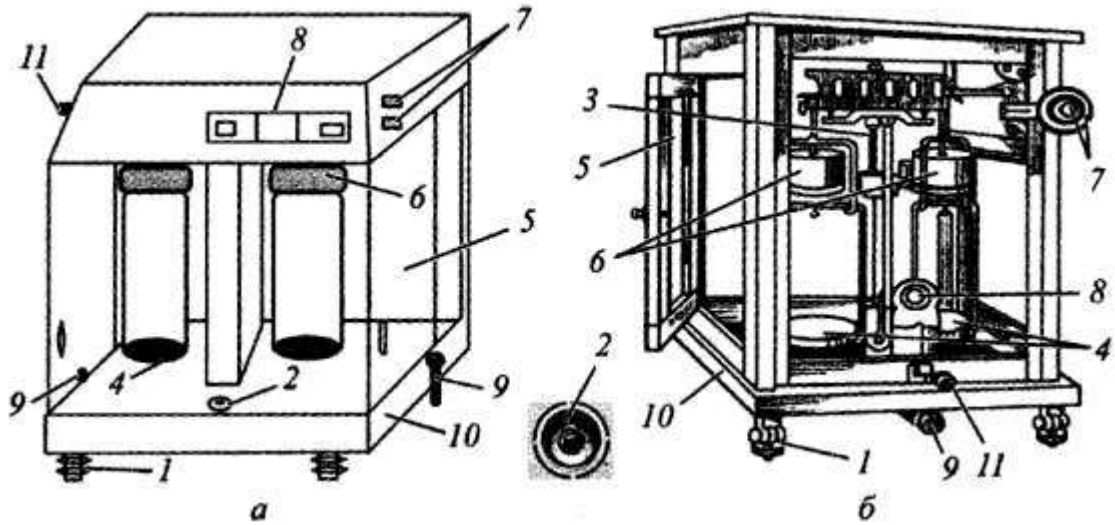
- 1 –
- 2 –
- 3 –
- 4 –
- 5 –
- 6 –
- 7 –
- 8 –

8. Зробіть підписи до рисунку: «Приладдя для набору речовин при відважуванні».



- 1 –
- 2 –
- 3 –
- 4 –

9. Зробіть підписи до рисунків: «Аналітичні терези».



- 1 –
- 2 –
- 3 –
- 4 –

- 5 –
- 6 –
- 7 –
- 8 –

10. Напишіть принцип гравіметричного аналізу.

11. Дайте визначення поняттям:

Гравіметричний аналіз – _____

Ваговий аналіз – _____

Зважування – _____

Терези – _____

Ваги – _____

Точність зважування – _____

Сталість показань – _____

Чутливість – _____

Стійкість – _____

Найбільша границя зважування (НГЗ) – _____

Найменша границя зважування (НмГЗ) – _____

Дискретність – _____

Похибка зважування – _____

Тарування – _____

Важки – _____

Контрольні запитання

1. В чому полягають метрологічні вимоги державного стандарту до лабораторних ваговимірювальних пристроїв?
2. Чому не можна брати руками різноважки?
3. Чому аналітичні терези найкраще установити в окремій кімнаті на мармурову дошку?
4. Що таке важок? Як правильно зберігати і використовувати гири?
5. Як зважуються летючі і хімічноактивні речовини?
6. Як правильно зважувати на аналітичних вагах?
7. Які недоліки має ваговий аналіз?

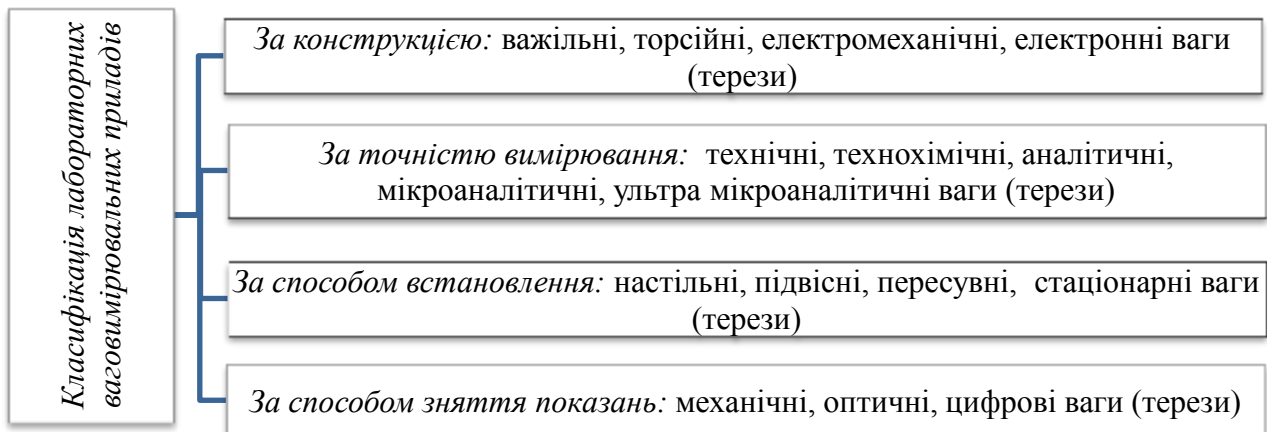
8. Чим відрізняються процеси зважування і відважування?
9. Яким вимогам повинен відповідати осад, що утворився в результаті реакції осадження, для визначення того або іншого іона гравіметричним методом?
10. Якими чинниками визначаються умови осадження в гравіметричному аналізі?
11. Чим відрізняються демпферні ваги від аналітичних?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ

Ваговий (гравіметричний) аналіз належить до класичних методів кількісного хімічного аналізу та посідає важливе місце серед аналітичних методів дослідження. За допомогою гравіметричних методів було встановлено відносні атомні маси багатьох хімічних елементів, визначено склад численних природних і синтетичних сполук, а також розроблено значну кількість сучасних аналітичних методик. Висока точність і надійність результатів зумовлюють широке використання вагового аналізу в хімічних, біологічних, екологічних, фармацевтичних та медичних дослідженнях, а результати гравіметричних визначень часто використовують як контрольні або еталонні під час перевірки точності інших методів аналізу.

Однією з основних операцій, на яких базується ваговий аналіз, є *зважування*, адже визначення маси необхідне під час приготування розчинів, дозування реактивів, проведення кількісного аналізу, встановлення виходу продуктів реакції та виконання численних лабораторних досліджень. Від точності зважування безпосередньо залежить достовірність отриманих результатів, тому ваговимірювальні прилади належать до найважливішого обладнання будь-якої лабораторії. Для визначення маси використовують різні типи терезів і ваг, які відрізняються конструкцією, принципом дії, точністю вимірювання та сферою застосування. Основним призначенням ваговимірювальних приладів є визначення маси об'єкта шляхом порівняння з еталонною масою або шляхом вимірювання сили, що виникає під дією гравітаційного поля Землі, з подальшим перерахунком у значення маси. Вибір типу ваг залежить від кількості досліджуваної речовини, необхідної точності вимірювання та особливостей виконуваного дослідження.

Лабораторні ваговимірювальні прилади **класифікують** за кількома ознаками.



Основні метрологічні характеристики ваг

Ефективність роботи ваговимірювальних приладів визначається сукупністю метрологічних характеристик, які характеризують точність та надійність вимірювань.

| | | |
|---|---|---|
| <p><i>Точність зважування</i> – ступінь наближення результату вимірювання до істинного значення маси об'єкта.</p> | <p><i>Чутливість</i> – здатність ваг реагувати на незначні зміни навантаження та фіксувати мінімальні зміни маси.</p> | <p><i>Стійкість</i> – здатність приладу швидко повертатися до стану рівноваги після виведення із нього.</p> |
| <p><i>Сталість показань</i> – здатність ваг відтворювати однакові результати під час багаторазових вимірювань одного й того самого об'єкта за незмінних умов.</p> | <p><i>Дискретність</i> – найменша зміна маси, яку може відобразити прилад.</p> | |
| <p><i>Найбільша границя зважування (НГЗ)</i> – максимальна маса, яку допускається визначати на конкретному приладі без втрати точності вимірювання.</p> | <p><i>Найменша границя зважування (НмГЗ)</i> – мінімальна маса, яку можна визначити з допустимою точністю.</p> | |

На результати зважування можуть впливати різноманітні зовнішні фактори, серед яких найважливішими є вібрації, протяги, коливання температури, підвищена вологість повітря, електростатичні заряди, а також забруднення шальок і зважуваного посуду. Для мінімізації похибок ваги встановлюють на спеціальних антивібраційних столах або міцних лабораторних поверхнях, захищених від потоків повітря та дії прямих сонячних променів.

Особливої уваги потребує зважування речовин на аналітичних вагах. Гарячі предмети перед зважуванням необхідно охолоджувати до температури лабораторного приміщення, а гігроскопічні речовини зважувати максимально швидко, щоб уникнути зміни їх маси внаслідок поглинання вологи з повітря.

Основні типи лабораторних ваг та їх характеристика

У лабораторній практиці використовують різні типи ваговимірювальних приладів, які відрізняються конструкцією, принципом дії, точністю вимірювання та сферою застосування. При цьому, правильний вибір ваг є важливою умовою отримання достовірних результатів досліджень.

Ручні (аптечні) терези – найпростіші важільні ваговимірювальні прилади, які застосовуються для відважування невеликих кількостей сипких, порошкоподібних і деяких твердих речовин. Принцип їхньої роботи ґрунтується на порівнянні маси зважуваної речовини з масою еталонних важків.

Незважаючи на поширення сучасних електронних ваг, ручні терези використовують у навчальних лабораторіях для ознайомлення студентів з основними принципами вагових вимірювань, що дозволяє сформувати практичні навички роботи з різноважками, оцінювання рівноваги терезів та дотримання правил точного зважування.

Технохімічні терези – механічні настільні ваги, які призначені для зважування відносно великих кількостей речовин із точністю до 0,01 г та широко використовуються під час підготовки реактивів, приготування розчинів, зважування лабораторного посуду та виконання загальнолабораторних робіт. Перевагами технохімічних терезів є простота конструкції, надійність, довговічність та значна вантажопідйомність. Важливо! перед початком зважування обов'язково перевірити рівновагу терезів і правильність їх встановлення.

Аналітичні ваги – високоточні прилади, які використовуються для визначення маси з точністю до 0,1 мг (0,0001 г). Вони є основним інструментом кількісного аналізу та застосовуються під час приготування стандартних розчинів, виконання гравіметричних досліджень, визначення складу речовин і проведення наукових експериментів.

Сучасні аналітичні ваги працюють за принципом електромагнітної компенсації сили тяжіння та оснащені цифровими системами індикації результатів. Для забезпечення високої точності вимірювань їх встановлюють на спеціальних антивібраційних столах або масивних лабораторних поверхнях у приміщеннях із постійною температурою та мінімальним рухом повітря. Перед виконанням високоточних вимірювань аналітичні ваги підлягають внутрішньому або зовнішньому калібруванню з використанням сертифікованих гир відповідного класу точності.

Торсійні терези – терези, які призначені для визначення дуже малих мас речовин та характеризуються високою чутливістю та швидкістю виконання вимірювань, тому їх використовують для визначення мас малих наважок, проведення мікроаналітичних досліджень і виконання спеціалізованих лабораторних робіт. Їх принцип роботи базується на закручуванні пружного елемента (нитки або стрічки) під дією навантаження, величина якого пропорційна моменту сили, який створюється масою зважуваного об'єкта. Нині торсійні терези мають переважно навчальне та спеціалізоване значення і в більшості лабораторій замінені електронними мікровагами.

Електронні лабораторні ваги. Електронні ваги є найбільш поширеними сучасними ваговимірювальними приладами, які забезпечують швидке визначення маси, високу точність вимірювань, автоматичне калібрування та цифрове відображення результатів. Перевагами електронних ваг є простота використання, мінімізація впливу людського фактора на результати вимірювань, можливість автоматичного тарування та швидке отримання результатів. Саме тому вони практично повністю замінили більшість механічних моделей у сучасних лабораторіях.

Історично використовувалися також напівавтоматичні аналітичні ваги з лімбовими та ланцюжковими механізмами навантаження, які стали перехідним етапом до сучасних електронних систем зважування.

Різноважки та правила роботи з ними

Для роботи з механічними терезами використовують спеціальні набори еталонних важків – різноважки. Вони призначені для порівняння маси досліджуваного об'єкта з відомою масою еталонних гир. Різноважки виготовляють із матеріалів, які характеризуються високою механічною міцністю, корозійною стійкістю, антимагнітними властивостями та низькою гігроскопічністю. Найчастіше для їх виготовлення використовують нержавіючу сталь, нікельовані сплави, нейзильбер або алюміній.

Кожний набір різноважок комплектується відповідно до типу терезів і зберігається у спеціальному футлярі з окремими гніздами для кожного важка. Така конструкція запобігає пошкодженню важків і спрощує контроль їх комплектності.

Грамові важки зазвичай мають циліндричну форму та виготовляються з металевих сплавів. У класичних наборах міліграмових різноважок різні номінали мають різну геометричну форму, що полегшує їх розпізнавання. Наприклад,

- 500 та 50 мг – шестикутні;
- 200 та 20 мг – прямокутні;
- 100 та 10 мг – трикутні.

На кожному важку вказується його номінальна маса. При цьому фактична маса може незначно відрізнятись від номінальної в межах допустимих метрологічних похибок. У класичних наборах міліграмових різноважок різні номінали можуть мати різну геометричну форму, що полегшує їх розпізнавання.

Для забезпечення точності вимірювань під час роботи з різноважками необхідно дотримуватися таких правил:

- брати важки тільки спеціальним пінцетом;
- не торкатися важків руками;
- підтримувати їх у чистому стані;
- зберігати у закритому футлярі;
- після використання повертати кожен важок у відповідне гніздо;

- не допускати механічних пошкоджень та забруднення поверхні важків.

Дотримання правил роботи з різноважками є важливою умовою отримання точних результатів зважування та збереження метрологічних характеристик ваговимірювальних приладів.

Загальні правила роботи з ваговимірювальними приладами

Точність результатів зважування залежить не лише від технічних характеристик ваг, а й від правильності їх експлуатації. Навіть незначні порушення правил роботи можуть призвести до виникнення систематичних або випадкових похибок, що негативно впливають на результати лабораторних досліджень.

Під час зважування необхідно враховувати вплив зовнішніх факторів, таких як вібрації, протяги, зміни температури та вологості повітря, електростатичні заряди, а також забруднення ваг або зважуваних предметів. Особливо чутливими до таких впливів є аналітичні ваги.

Для забезпечення достовірності результатів необхідно дотримуватися таких правил:

1. Встановлювати ваги на рівній, стійкій та горизонтальній поверхні.
2. Захищати робоче місце від вібрацій, механічних поштовхів і потоків повітря.
3. Перед початком роботи перевіряти справність приладу та нульове положення.
4. Перед початком роботи з електронними вагами необхідно дочекатися завершення їх прогрівання та стабілізації показань відповідно до інструкції виробника.
5. Не перевищувати максимально допустиме навантаження, зазначене в технічній документації.
6. Використовувати лише чистий, сухий та неушкоджений лабораторний посуд.
7. Не зважувати гарячі або переохоложені предмети. Перед зважуванням вони повинні набути температури лабораторного приміщення.
8. Не розміщувати речовини безпосередньо на шальках терезів.
9. Використовувати для зважування бюкси, тиглі, годинникові скельця, фільтрувальний папір або інший допоміжний посуд.
10. Після завершення роботи очищати ваги та переводити їх у неробочий стан.
11. Усі зважування в межах одного аналізу бажано виконувати на одних і тих самих вагах.

Забороняється:

- ✓ перевантажувати ваги;
- ✓ класти на шальки брудні, вологі або гарячі предмети;
- ✓ проводити зважування при відкритих вікнах або сильних повітряних потоках;
- ✓ використовувати несправні ваги;
- ✓ самостійно розбирати або ремонтувати прилад;
- ✓ проводити очищення електричних ваг без попереднього відключення від мережі живлення.

Взяття наважки

Однією з найважливіших операцій кількісного аналізу є взяття *наважки*, якою називають точно відому масу речовини, необхідну для проведення аналітичного визначення. Правильність відбору наважки безпосередньо впливає на точність кінцевих результатів дослідження.

Маса наважки залежить від методу аналізу, природи досліджуваної речовини та очікуваного вмісту визначуваного компонента. Надто мала наважка може збільшити відносну похибку вимірювань, тоді як надто велика ускладнює проведення аналізу та збільшує витрати реактивів.

Для зважування речовин використовують бюкси, тиглі, годинникові скельця або інший лабораторний посуд. Особливу увагу слід приділяти чистоті та сухості посуду, оскільки навіть незначні забруднення можуть впливати на результати визначення маси.

Під час роботи з гігроскопічними речовинами необхідно максимально скорочувати час їх контакту з повітрям, щоб запобігти поглинанню вологи та зміні маси.

Алгоритм взяття наважки:

- ✓ Переконалися, що бюкс або годинникове скельце чисті та сухі.
- ✓ Зважити порожній бюкс або годинникове скельце.
- ✓ Розрахувати необхідну загальну масу бюкса та наважки.
- ✓ Перенести речовину у тару для зважування за допомогою шпателя або ложечки для наважок.
- ✓ Повторно зважити бюкс із речовиною.
- ✓ За необхідності додати або відсипати речовину до досягнення потрібної маси.
- ✓ Записати масу наважки з точністю, яка відповідає типу використаних ваг.
- ✓ Використати наважку для подальшого проведення аналізу.

Похибки під час зважування

Похибка зважування – це різниця між результатом вимірювання та опорним (прийнятим за істинне) значенням величини.

Під час зважування можуть виникати систематичні та випадкові похибки.

До систематичних похибок належать:

- неправильне калібрування ваг;
- порушення горизонтального встановлення приладу;
- використання пошкоджених або забруднених різноважок;
- вплив температури та вологості.

До випадкових похибок належать:

- коливання повітря;
- механічні вібрації;
- нестабільність показань приладу;
- помилки оператора під час зчитування результатів.

Для зменшення похибок необхідно:

- регулярно перевіряти та калібрувати ваги;
- підтримувати чистоту робочого місця;
- використовувати сухий лабораторний посуд;
- дотримуватися правил роботи з ваговимірювальними приладами;
- виконувати зважування в умовах мінімального впливу зовнішніх факторів.

Точність зважування є однією з головних передумов отримання достовірних результатів кількісного аналізу, тому всі операції, пов'язані з визначенням маси, необхідно виконувати уважно та ретельно.

Техніка та алгоритм роботи на ручних терезах

Ручні (аптечні) терези належать до важільних ваговимірювальних приладів і призначені для відважування невеликих кількостей речовин. Їх робота ґрунтується на принципі рівноваги двоплечого важеля, коли маса досліджуваної речовини врівноважується відповідним набором важків.

Ручні терези використовують переважно в навчальних лабораторіях для формування навичок точного зважування та ознайомлення з принципами роботи механічних ваг. Точність зважування значною мірою залежить від правильного утримання терезів, дотримання правил роботи з різноважками та вміння оцінювати момент встановлення рівноваги.

Перед початком роботи необхідно перевірити чистоту шальок, справність терезів та їхню рівновагу.

Алгоритм відважування на ручних терезах:

1. Вибрати терези відповідно до маси речовини, яку необхідно відважити.
2. Протерти шальки чистою серветкою.
3. Перевірити рівновагу терезів.

4. Взяти терези за кільце великим і вказівним пальцями так, щоб можна було контролювати коливання стрілки.

5. На одну шальку за допомогою пінцета покласти важки необхідної маси.
6. На іншу шальку поступово додавати речовину невеликими порціями.
7. Після кожного додавання речовини контролювати положення стрілки.
8. Досягти рівноваги терезів.
9. Зняти важки та відважену речовину.
10. Очистити шальки та підготувати терези до зберігання.

Техніка та алгоритм роботи на технохімічних терезах

Технохімічні терези призначені для зважування відносно великих кількостей речовин із точністю до сотих часток грама. Вони широко використовуються під час підготовки реактивів, виготовлення розчинів та виконання загальнолабораторних робіт.

Особливістю роботи на технохімічних терезах є необхідність попереднього тарування, тобто зрівноваження маси тари перед визначенням маси досліджуваної речовини. Для забезпечення точності вимірювань необхідно стежити за правильним положенням стрілки та виска.

Алгоритм зважування на технохімічних терезах:

1. Перевірити справність терезів та чистоту шальок.
2. Переконатися у правильності встановлення терезів та наявності рівноваги.
3. Зааретирувати терези.
4. Помістити зважуваний предмет на ліву шальку.
5. На праву шальку за допомогою пінцета послідовно встановлювати важки, починаючи з найбільших.
6. Після кожного підбору важків відкривати аретир і контролювати положення стрілки.
7. Поступово підбирати важки до встановлення рівноваги.
8. За необхідності використовувати міліграмові важки.
9. Після встановлення рівноваги зааретирувати терези.
10. Визначити масу предмета за сумою використаних важків.
11. Зняти предмет і важки.
12. Очистити шальки терезів.

Техніка та алгоритм роботи на електронних аналітичних вагах

Аналітичні терези є високоточними лабораторними приладами, які забезпечують визначення маси з точністю до 0,0001–0,0002 г. Вони застосовуються під час проведення кількісного аналізу, приготування стандартних розчинів та виконання наукових досліджень.

Для забезпечення високої точності аналітичні терези встановлюють на антивібраційних столах або спеціальних лабораторних поверхнях. Під час роботи необхідно уникати різких рухів, протягів та доторкання до внутрішніх елементів вагової системи.

Зважування проводять лише в чистому та сухому посуді. Гарячі предмети попередньо охолоджують до температури лабораторного приміщення.

Алгоритм зважування на аналітичних терезах:

1. Перевірити чистоту терезів і справність приладу.
2. Увімкнути ваги та дочекатися стабілізації показань.
3. Перевірити нульове положення.
4. Відкрити дверцята вагової камери та помістити зважуваний об'єкт на шальку.
5. Закрити дверцята вагової камери.
6. Дочекатися стабілізації показань на дисплеї.
7. Зчитати та записати результат зважування.
8. За необхідності виконати повторне контрольне зважування.
9. Вийняти зразок із вагової камери.

10. Після завершення роботи очистити ваги та вимкнути прилад.

Техніка та алгоритм роботи на торсійних терезах

Торсійні терези використовують для визначення дуже малих мас речовин. Їх дія базується на вимірюванні деформації пружного елемента під дією навантаження. Завдяки високій чутливості такі терези застосовують під час мікроаналітичних досліджень та спеціальних лабораторних вимірювань.

Точність роботи торсійних терезів значною мірою залежить від правильного встановлення приладу за рівнем і точного суміщення контрольних покажчиків.

Алгоритм зважування на торсійних терезах

1. Встановити терези за рівнем за допомогою регулювальних гвинтів.
2. Звільнити коромисло терезів.
3. Встановити відлікову стрілку на нульову поділку шкали.
4. Сумістити контрольну стрілку з контрольним штрихом.
5. Зааретирувати коромисло.
6. Відкрити захисну кришку.
7. Помістити досліджуванний об'єкт на чашку терезів.
8. Закрити кришку.
9. Звільнити коромисло терезів.
10. Плавно обертати рукоятку до суміщення контрольної стрілки з контрольним штрихом.
11. Зчитати показання шкали.
12. Зааретирувати коромисло.
13. Відкрити кришку та зняти зважуваний об'єкт.
14. Закрити кришку.
15. Встановити стрілку на нульову поділку шкали.
16. Підготувати терези до подальшої роботи або зберігання.

Гравіметричний аналіз

Гравіметричний (ваговий) аналіз – це метод кількісного хімічного аналізу, який ґрунтується на точному вимірюванні маси визначуваного компонента або сполуки відомого складу, що містить цей компонент. Метод належить до класичних методів аналітичної хімії та характеризується високою точністю, надійністю й відтворюваністю результатів.

Гравіметричний аналіз належить до первинних абсолютних методів аналізу, оскільки результат визначення отримують без використання градуювальних графіків або стандартних зразків порівняння. Історично гравіметричний аналіз був одним із перших кількісних методів дослідження речовин, адже саме за допомогою вагових методів було встановлено атомні маси багатьох хімічних елементів, визначено склад численних природних і синтетичних сполук, а також розроблено основи сучасного кількісного аналізу.

Суть методу полягає у виділенні визначуваного компонента із досліджуваної проби у вигляді речовини відомого складу, масу якої можна точно виміряти. Найчастіше визначуваний компонент переводять у малорозчинний осад, який відокремлюють від розчину, промивають, висушують або прожарюють до сталої маси та зважують. На основі отриманої маси осаду або продукту прожарювання за допомогою стехіометричних розрахунків визначають вміст досліджуваного компонента у пробі.

Метод характеризується високою точністю, оскільки кінцевий результат ґрунтується на безпосередньому вимірюванні маси – однієї з найбільш точно визначуваних фізичних величин.

Класифікація гравіметричних методів

Залежно від способу виділення визначуваного компонента розрізняють такі види гравіметричного аналізу:

Метод осадження – ґрунтується на переведенні визначуваного компонента в малорозчинну сполуку з подальшим відокремленням, висушуванням або прожарюванням і зважуванням отриманого осаду.

Метод відгонки – полягає у видаленні легкого компонента з досліджуваної речовини та визначенні його кількості за зміною маси системи або масою поглинутої речовини.

Метод виділення – передбачає кількісне виділення визначуваного компонента у вільному стані та подальше його зважування.

Найчастіше у навчальній практиці використовують саме метод осадження.

У гравіметричному аналізі розрізняють осаджувану та гравіметричну форми.

Осаджувана форма – це сполука, у вигляді якої визначуваний компонент осаджується з розчину в результаті хімічної реакції. Повинна мати низьку розчинність у середовищі осадження, легко відокремлюватися від розчину фільтруванням, характеризуватися мінімальною здатністю до співосадження домішок, а також утворювати осад, придатний для промивання, висушування або прожарювання.

Гравіметрична форма – це сполука точно відомого складу, яку безпосередньо зважують для розрахунку результатів аналізу. Повинна мати точно відомий і сталий хімічний склад, бути хімічно стійкою та не змінювати масу під час зберігання і зважування.

У деяких випадках осаджувана та гравіметрична форми збігаються. Проте частіше осад після фільтрування піддають висушуванню або прожарюванню, внаслідок чого утворюється інша, більш стабільна сполука, придатна для точного зважування.

Основні етапи гравіметричного аналізу: Відбір проби → Взяття наважки → Розчинення → Осадження → Дозрівання осаду → Фільтрування → Промивання → Висушування (або прожарювання) → Охолодження → Зважування → Розрахунок результатів.

Особливості утворення осадів

Важливою умовою успішного проведення гравіметричного аналізу є отримання осадів із низькою розчинністю, високою чистотою та достатньо великими кристалами. Дрібнодисперсні та колоїдні осади важко фільтруються, легко забруднюються домішками та можуть спричинити збільшення похибки аналізу.

Якість осаду значною мірою визначає точність результатів аналізу. Найкращими для гравіметричних визначень є крупнокристалічні осади, які легко фільтруються та містять мінімальну кількість сторонніх домішок.

Для отримання якісних осадів рекомендується: використовувати розбавлені розчини, проводити осадження з гарячих розчинів; додавати осаджувач повільно та при постійному перемішуванні; застосовувати невеликий надлишок осаджувача; витримувати осад для його дозрівання.

Під час утворення осадів можливе явище співосадження — захоплення осадом сторонніх іонів або молекул із розчину. Співосадження може відбуватися внаслідок адсорбції домішок на поверхні частинок осаду, включення сторонніх речовин до кристалічної ґратки або механічного захоплення розчину між кристалами. Це явище є однією з основних причин систематичних похибок у гравіметричному аналізі. Для його зменшення використовують повторне осадження, ретельне промивання осаду та витримування його для дозрівання.

Перевагами гравіметричного аналізу є висока точність, відсутність необхідності у складному обладнанні, можливість використання як еталонного методу та висока відтворюваність результатів. До недоліків належать значна тривалість виконання аналізу, необхідність ретельного проведення всіх операцій та обмежене застосування для визначення дуже малих концентрацій речовин.

Незважаючи на широке впровадження сучасних інструментальних методів аналізу, гравіметричний метод залишається одним із найточніших способів кількісного визначення речовин і використовується як референтний (еталонний) метод для оцінки правильності результатів інших аналітичних методик.

ІНСТРУКЦІ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Мета: ознайомитися з принципами роботи терезів і ваг різного типу, отримати навички зважування різних субстанцій (твердих речовин і лабораторного посуду).

Реактиви та обладнання: вода, порошок хлориду натрію (NaCl), порошок карбонату натрію (Na₂CO₃), крохмаль.

Хімічний посуд і допоміжне приладдя: пробірки, склянки, колби, бюкси, циліндри, чашки Петрі.

Завдання № 1. Зважування посуду

Хід роботи:

1. Отримайте у викладача набір лабораторного посуду: хімічний стакан, колбу, циліндр, бюкс.

2. Проведіть зважування посуду на вагах та терезах різного типу (електронні, технохімічні, торсійні).

3. Порівняйте отримані дані та занесіть їх у таблицю.

| Назва предмета | Маса (на технохімічних терезах) | Маса (на електронних вагах) | Маса (на торсійних терезах) |
|----------------|---------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

Результати роботи та висновки:

Завдання № 2. Зважування порошкоподібних речовин

Хід роботи:

1. Отримайте у викладача набір: крохмаль, NaCl, Na₂CO₃.

2. Проведіть зважування речовин на терезах і вагах різного типу (електронні, технохімічні, торсійні).

3. Порівняйте отримані дані та занесіть їх у таблицю.

| Назва реактиву | Маса на технохімічних терезах м, г | Маса на електронних вагах м, г | Маса на торсійних терезах м, г |
|----------------|------------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |

4. Відважте 4,35 г NaCl.

Результати роботи та висновки:

Завдання №3. Визначення масової частки хлориду натрію у розчині

Суть методу. Метод належить до гравіметричних методів відгонки, при яких визначуваний компонент встановлюють за масою сухого залишку після видалення леткого

розчинника. За масою сухого залишку та масою досліджуваної проби розраховують масову частку NaCl у розчині.

Хід роботи:

1. Візьміть чистий сухий тигель та зважте його на технохімічних терезах. Результат запишіть.
2. За допомогою піпетки відміряйте 1,0 мл досліджуваного розчину натрій хлориду та перенесіть його в тигель.
3. Зважте тигель із розчином та зафіксуйте результат.
4. Помістіть тигель у сушильну шафу і випаріть розчинник до сухого залишку.
5. Після завершення випарювання охолодіть тигель у витяжній шафі або ексикаторі до кімнатної температури.
6. Зважте тигель із сухим залишком.
7. Визначте масу сухого залишку та розрахуйте масову частку натрій хлориду в досліджуваному розчині.

Розрахунок:

Масу сухого залишку визначають за формулою: $m_{\text{зал.}} = m_3 - m_1$ де: m_1 – маса порожнього тигля, г; m_3 – маса тигля із сухим залишком, г.

Масу проби розчину визначають за формулою: $m_{\text{проби}} = m_2 - m_1$, де: m_2 – маса тигля з розчином, г.

Масову частку натрій хлориду розрахуйте за формулою: $\omega(\text{NaCl}) = \frac{m_{\text{сухого залишку}}}{m_{\text{проби}}} \cdot 100\%$

Результати роботи:

| Показник | Значення |
|---------------------------------|----------|
| Маса порожнього тигля, г | |
| Маса тигля з розчином, г | |
| Маса тигля після випарювання, г | |
| Маса сухого залишку NaCl, г | |

Розрахунки та висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9

Тема: Лабораторні нагрівальні прилади.

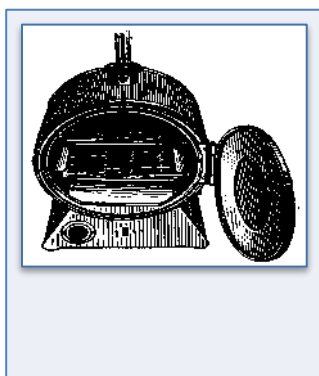
Мета: ознайомитися із класифікацією, будовою, принципом дії та особливостями експлуатації лабораторних нагрівальних приладів, засвоїти правила техніки безпеки при роботі з відкритими та електричними джерелами нагрівання.

Теоретичні питання:

1. Нагрівальні прилади на рідкому паливі.
2. Газові нагрівальні прилади.
3. Електронагрівальні прилади та прилади для підтримання заданого температурного режиму.
4. Правила техніки безпеки при роботі з нагрівальними приладами.

Питання для самопідготовки

1. Розгляньте наведені на зображеннях нагрівальні прилади. Вкажіть їхню назву та призначення.



2. Вкажіть лабораторний посуд, який використовують для різних способів нагрівання.

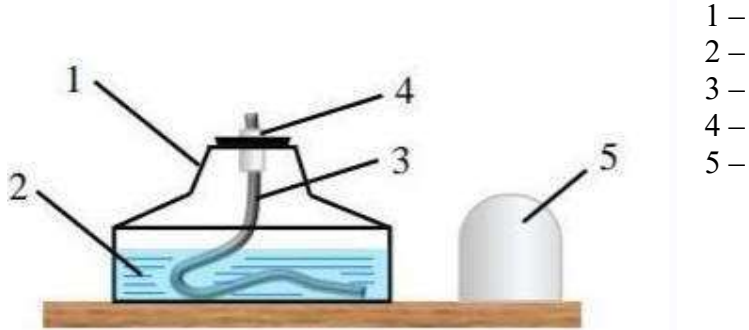
| |
|----------------------------------|
| Нагрівання на електричній плитці |
| |

| |
|--|
| Нагрівання на водяній, пісочній, повітряній, олійній банях |
| |

| |
|---|
| Нагрівання у термостаті, сушильній шафі, муфельній печі |
| |

3. Наведіть правила безпеки під час роботи зі спиртівкою.

4. Зробіть підписи до рисунку: «Будова спиртівки».



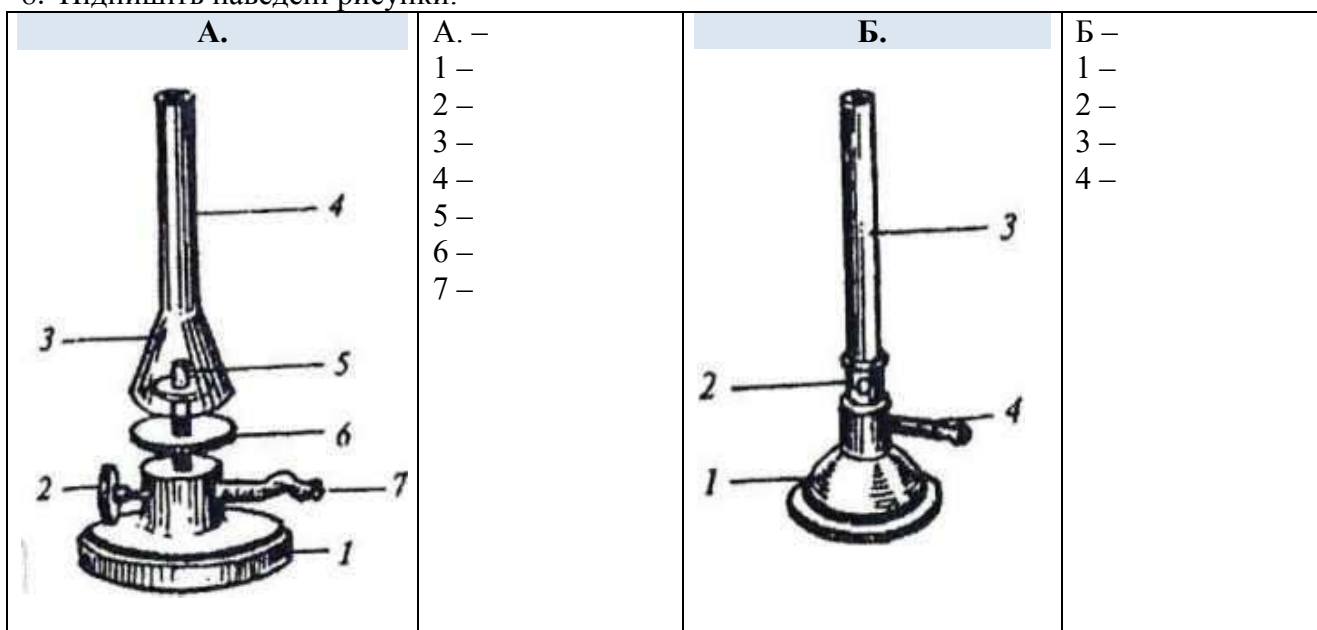
5. Заповніть таблицю: «Електронагрівальні прилади та прилади для підтримання заданого температурного режиму».

| <i>Прилад</i> | <i>Робочий діапазон температур</i> | <i>Призначення</i> | <i>Переваги</i> | <i>Недоліки</i> | <i>Приклад використання</i> |
|----------------|------------------------------------|--------------------|-----------------|-----------------|-----------------------------|
| Електроплитка | | | | | |
| Сушильна шафа | | | | | |
| Муфельна піч | | | | | |
| Тигельна піч | | | | | |
| Водяна баня | | | | | |
| Повітряна баня | | | | | |
| Піскова баня | | | | | |
| Олійна баня | | | | | |
| Термостат | | | | | |
| Кріостат | | | | | |

6. Наведіть порядок нагрівання речовин на водяній, повітряній та пісковій банях. Опишіть правила безпеки під час роботи з ними.

7. Опишіть першу медичну допомогу при термічних опіках.

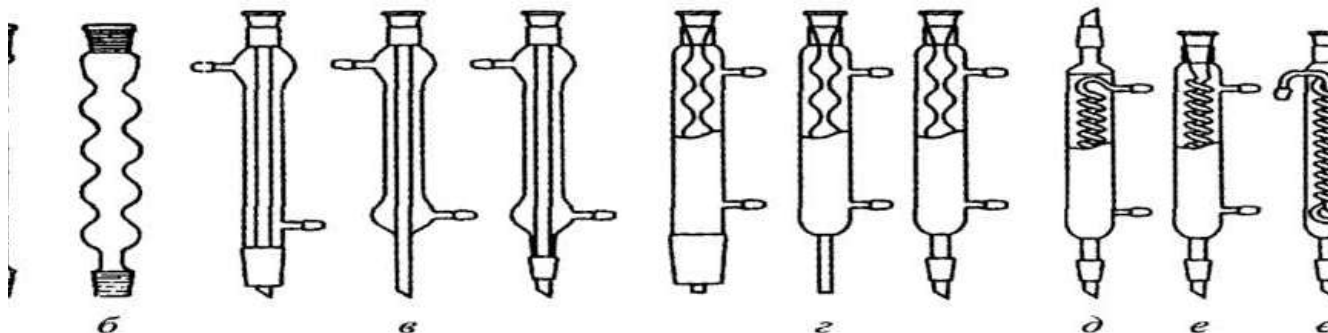
8. Підпишіть наведені рисунки.



9. Розгляньте та підпишіть рисунок: «Розподіл температурних зон по висоті полум'я пальника».



10. Розгляньте рисунки. Зробіть підписи.



а –
б –
в –
г –

д –
е –
є –

11. Дайте визначення поняттям.

Нагрівання – _____

Нагрівальний прилад – _____

Спиртівка – _____

Газовий пальник – _____

Пальник Бунзена – _____

Пальник Теклю – _____

Полум'я – _____

Температура плавлення – _____

Температура кипіння – _____

Водяна баня – _____

Повітряна баня – _____

Піскова баня – _____

Олійна баня – _____

Електроплитка – _____

Сушильна шафа – _____

Муфельна піч – _____

Термостат – _____

Термічний опік – _____

Кріостат – _____

Стерилізація – _____

Автоклав – _____

Контрольні запитання

1. Чому спиртівку не можна запалювати від іншої спиртівки?
2. Чому легкозаймисті речовини нагрівають лише на банях?
3. Які фактори впливають на стабільність полум'я?
4. Чому відбувається «проскакування полум'я» в пальнику?
5. Що таке температура плавлення та температура кипіння?
6. Який посуд не можна нагрівати на відкритому полум'ї?

7. Яке призначення зворотного холодильника?
8. Які види бань використовуються в хімічній лабораторії?
9. Чому більшість органічних речовин не нагрівають у муфельній печі?
10. Чому водяна баня забезпечує рівномірний нагрів?
11. Які умови виникнення вибухонебезпечної суміші в пальнику?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ

Нагрівання є однією з найпоширеніших операцій у хімічній, біологічній та біотехнологічній лабораторній практиці. Воно використовується для прискорення перебігу хімічних реакцій, розчинення речовин, випарювання розчинників, висушування зразків, стерилізації лабораторного посуду та проведення термічної обробки матеріалів. Залежно від необхідної температури та умов проведення дослідження застосовують нагрівальні прилади різних типів: спиртівки, газові пальники, електроплитки, сушильні шафи, муфельні печі, термостати та різноманітні лабораторні бані.

Класифікація лабораторних нагрівальних приладів

За джерелом теплової енергії:

- ✓ нагрівальні прилади на рідкому паливі (спиртівки);
- ✓ газонагрівальні прилади (пальники Бунзена, Теклю);
- ✓ електронагрівальні прилади (електроплитки, сушильні шафи, муфельні печі, термостати, бані).

За способом передачі тепла:

- ✓ пряме нагрівання (полум'я спиртівки або пальника);
- ✓ непряме нагрівання (водяні, повітряні, піскові та олійні бані).

Лабораторні бані

Для рівномірного та контрольованого нагрівання речовин використовують спеціальні нагрівальні бані. Вони дозволяють уникнути локального перегрівання та забезпечують стабільний температурний режим.

Водяна баня – забезпечує нагрівання до 100 °С.

Повітряна баня – використовується для повільного та рівномірного нагрівання сухим гарячим повітрям.

Піскова баня – дозволяє нагрівати посуд до температур 300–400 °С.

Олійна баня – застосовується для нагрівання вище 100 °С (до 250–300 °С залежно від типу олії).

Полум'я газового пальника неоднорідне за температурою. У ньому розрізняють внутрішню темну зону, відновну зону та зовнішню окиснювальну зону. Найвища температура спостерігається у верхній частині зовнішнього конуса полум'я, тому саме цю ділянку використовують для інтенсивного нагрівання лабораторного посуду.

Техніка безпеки при нагріванні

Під час проведення лабораторних робіт, пов'язаних із нагріванням речовин, необхідно суворо дотримуватися правил безпеки, оскільки неправильне поводження з нагрівальними приладами може призвести до перегріву, розбризкування розчинів або займання.

✓ Нагріванню підлягають лише попередньо перемішані розчини, що дозволяє уникнути локального перегріву та раптового закипання.

✓ При нагріванні розчинів у хімічних склянках рекомендується використовувати скляну паличку, періодично перемішуючи вміст для забезпечення рівномірного розподілу температури.

✓ Легкозаймисті рідини не допускається нагрівати безпосередньо на відкритому полум'ї. Для цього застосовують лише водяні або інші типи бань, які забезпечують більш контрольований та безпечний нагрів.

✓ При нагріванні пробірки її заповнюють не більше ніж на 1/3 об'єму та нагрівають поступово. При цьому, отвір пробірки спрямовують від себе та інших осіб та не заглядають у нагріту пробірку.

Правила роботи зі спиртівкою

1. Перед використанням спиртівки необхідно переконаватися в її справності та правильній підготовці. Спочатку знімають ковпачок і обережно відсувають диск із трубкою та гнотом, не виймаючи його з резервуара. Важливо, щоб отвір резервуара залишався щільно закритим, оскільки це запобігає випаровуванню спирту та його займання всередині ємності.

2. Заправлення спиртівки здійснюють у вимкненому стані. У резервуар через лійку наливають денатурований спирт, заповнюючи не більше ніж на 2/3 об'єму. У трубку вставляють гніт із бавовняних ниток (уникаючи використання вати або марлі), який повинен щільно триматися, але не бути надто затисненим, і рівномірно досягати дна резервуара. Потім кінчик гніта акуратно підрізають.

3. Перед запалюванням гніт рекомендується злегка змочити спиртом, що полегшує займання та забезпечує стабільне полум'я. Запалювання спиртівки здійснюють тільки сірником або скіпкою, а регулювання висоти полум'я здійснюється зміною довжини гнота, після гасіння приладу та його охолодження. Категорично забороняється запалювати одну спиртівку від іншої, оскільки це може спричинити розливання спирту і виникнення пожежі.

4. У процесі роботи слід уникати потрапляння води або розчинів на гніт, оскільки це погіршує його капілярні властивості та зменшує інтенсивність горіння. У разі порушення роботи гніта його очищують або замінюють.

5. Гасіння спиртівки здійснюється шляхом накривання ковпачком, який підносять збоку. Дмухати на полум'я категорично заборонено. Після завершення роботи спиртівку обов'язково закривають, щоб запобігти випаровуванню спирту.

Правила роботи з газовим пальником

Робота з газовим пальником вимагає особливої уваги, оскільки суміш газу з повітрям є вибухонебезпечною. Перед запалюванням пальник підключають до газової мережі, перевіряють герметичність з'єднань і частково відкривають подачу газу. При цьому регулятор повітря повинен бути закритий, щоб уникнути «проскакування полум'я» всередину трубки.

Запалювання здійснюють сірником, який підносять збоку до вихідного отвору пальника, після чого повільно відкривають подачу газу. Лише після стабільного займання регулюють подачу повітря до отримання рівного голубуватого полум'я без кіптяви.

Правильно відрегульоване полум'я є стійким, не димить і має чітко виражену зону горіння. Висоту полум'я зазвичай підтримують у межах 5–8 см.

Після завершення роботи спочатку перекривають подачу газу, а потім дають пальнику охолонути.

Правила роботи з електронагрівальними приладами

До електронагрівальних приладів належать електроплитки, сушильні шафи, муфельні та тигельні печі, різні типи бань і термостати. Їх використання можливе лише за умови відповідності напруги мережі технічним характеристикам приладу.

1. Під час роботи з електронагрівальними пристроями важливо забезпечити рівномірний нагрів речовин, для чого розчини періодично перемішують скляною паличкою або використовують магнітні мішалки.

2. Легкозаймісті речовини допускається нагрівати виключно на банях, які забезпечують більш м'який і контрольований тепловий режим.

3. Особливо важливо не залишати ввімкнені нагрівальні прилади без нагляду, оскільки це підвищує ризик перегріву або займання.

Алгоритм роботи (узагальнений підхід).

1. Перед початком роботи перевірити справність приладу.
2. Переконатися у відповідності умов безпеки.
3. Виконувати нагрівання лише перемішаних розчинів.
4. Уникати перегрівання та локального кипіння.
5. Не залишати прилади без контролю під час роботи.
6. Після завершення обов'язково вимкнути прилад і дати йому охолонути.

Окрім нагрівальних приладів, у сучасних лабораторіях під час біохімічних, мікробіологічних, фізико-хімічних та молекулярно-біологічних досліджень широко використовуються *кріостати* – пристрої, призначені для створення і підтримання стабільного температурного режиму нижче температури навколишнього середовища. Ці прилади використовуються з метою збереження біологічних зразків, уповільнення перебігу хімічних процесів або підтримки оптимальних умов для виконання дослідження.

ІНСТРУКЦІ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Завдання № 1. Нагрівання за допомогою спиртівки та газового пальника

Реактиви та обладнання: денатурований спирт, дистильована вода, пробірки, лійка, пробіркотримачі, спиртівка, газовий пальник Бунзена (або Теклю).

Хід роботи:

А. У балон з допомогою лійки налейте спирт. Вставте гніт та запаліть його. Заповніть пробірку на 1/3 водою, нагрійте воду до кипіння, використовуючи пробіркотримач. Погасіть спиртівку, закривши її ковпачком.

Б. Відміряйте у пробірку 5 мл дистильованої води і нагрійте до кипіння за допомогою пальника. Не забудьте попередньо прогріти всю пробірку. При цьому отвір пробірки повинен бути спрямований убік від працюючих осіб.

Порівняйте швидкість нагрівання води у полум'ї спиртівки та газового пальника. Відзначте колір і характер полум'я, інтенсивність нагрівання та зручність використання кожного приладу.

Результати роботи (оформіть у вигляді таблиці)

| <i>Нагрівальний прилад</i> | <i>Час до появи перших бульбашок, с</i> | <i>Час до кипіння, с</i> | <i>Особливості нагрівання</i> |
|----------------------------|---|--------------------------|-------------------------------|
| | | | |
| | | | |

Висновки:

Завдання № 2. Нагрівання на електроприладах

Реактиви та обладнання: дистильована вода, пробірки, колба, лійка, пробіркотримачі, електроплитка, пісочна баня.

Хід роботи:

1. На електроплитках із закритою та відкритою спіраллю нагрійте рівні об'єми води. Визначте час закипання води.

2. У пісочну баню поставте круглодонну колбу, у висушувальну шафу помістіть чисті пробірки, закриті ватними корками для стерилізації. Стерилізуйте за $t=160^{\circ}\text{C}$ протягом 60 хв. або $t=180^{\circ}\text{C}$ протягом 30 хв.

Результати роботи (оформіть у вигляді таблиці):

| <i>Тип електроплитки</i> | <i>Об'єм води, мл</i> | <i>Час до кипіння, хв</i> | <i>Висновок</i> |
|--------------------------|-----------------------|---------------------------|-----------------|
| | | | |
| | | | |

У висновках поясніть причини відмінностей у швидкості нагрівання води на електроплитках різного типу та оцініть ефективність використання пісочної бані для рівномірного нагрівання лабораторного посуду.

Висновки:**Завдання № 3.** Дослідження впливу нагрівання на білки

Реактиви та обладнання: 1 % розчин яєчного білка, штатив з пробірками, крапельниця.

Хід роботи:

У пробірку додайте 3–4 мл свіжоприготованого розчину яєчного білка і обережно нагривайте над полум'ям спиртівки. Спостерігають поступове помутніння і утворення осаду білка. Коагуляція білків при нагріванні є незворотною.

У висновках зазначте, чому коагуляція білка при нагріванні є незворотною та які структурні рівні білкової молекули при цьому порушуються.

Результати роботи:

| <i>Ознака</i> | <i>До нагрівання</i> | <i>Після нагрівання</i> |
|------------------|----------------------|-------------------------|
| Зовнішній вигляд | | |
| Прозорість | | |
| Наявність осаду | | |

Висновки:**Завдання № 4.** Дослідження впливу нагрівання на комплекс «крохмаль-йод»

Реактиви та обладнання: 1 % розчин крохмального клейстеру, розчин йоду в калій йодиді, штатив з пробірками, крапельниця.

Хід роботи:

У пробірку внесіть 1 мл 1%-го розчину крохмального клейстеру і краплинами – розведений розчин йоду в калій йодиді. Розчин крохмалю забарвлюється йодом у синій колір. Одержану забарвлену реакційну суміш нагрійте на газовому пальнику. Забарвлення при цьому зникає. Пробірку з нагрітою реакційною сумішшю залиште для поступового

охолодження. При охолодженні синє забарвлення з'являється знову. Зникнення синього забарвлення при нагріванні пов'язане з руйнуванням комплексу йоду з амілозою. Після охолодження комплекс частково відновлюється, тому синє забарвлення з'являється знову.

Результати роботи та висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 10

Тема: Техніка мікроскопування.

Мета: розглянути будову та правила роботи з мікроскопом, отримати навички виготовлення тимчасових та постійних препаратів та їх мікроскопічного дослідження.

Теоретичні питання:

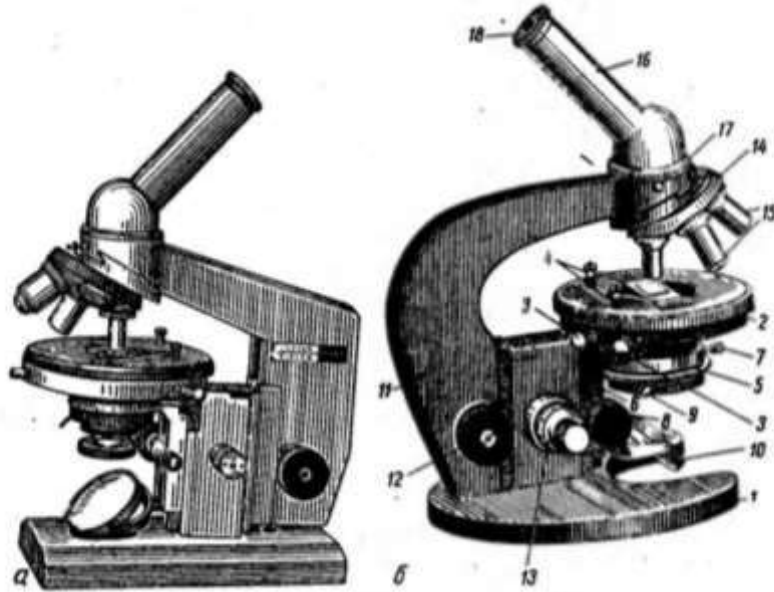
1. Сучасні лабораторні методи мікроскопії.
2. Види та класифікація мікроскопів.
3. Будова мікроскопа.
4. Основні оптичні характеристики мікроскопа.
5. Техніка мікроскопування.
6. Виготовлення тимчасових і постійних мікропрепаратів.
7. Імерсійна мікроскопія та її практичне значення.

Питання для самопідготовки

1. Заповніть таблицю: «Сучасні лабораторні методи мікроскопії».

| <i>Метод</i> | <i>Застосування</i> |
|--|---------------------|
| Метод світлого поля | |
| Метод темного поля | |
| Метод фазового контрасту | |
| Поляризаційна мікроскопія | |
| Метод інтерференційного контрасту (інтерференційна мікроскопія) | |
| Люмінесцентна мікроскопія | |

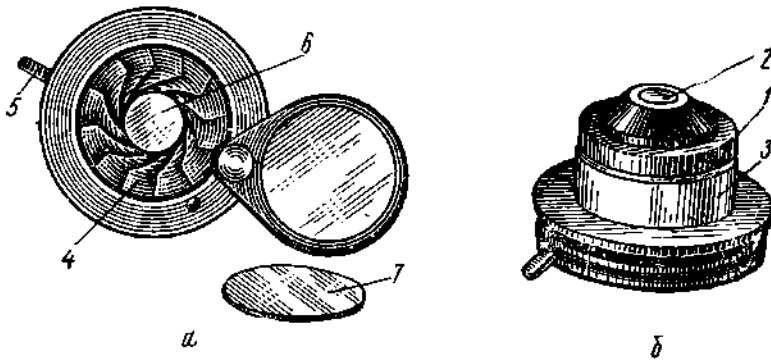
2. Підпишіть рисунок: «Будова мікроскопа».



- | | |
|-----|------|
| 1 – | 10 – |
| 2 – | 11 – |
| 3 – | 12 – |
| 4 – | 13 – |
| 5 – | 14 – |
| 6 – | 15 – |
| 7 – | 16 – |
| 8 – | 17 – |
| 9 – | 18 – |

3. Перерахуйте об'єкти мікроскопічного дослідження.

4. Розгляньте рисунок. Вкажіть, що на ньому зображено. Зробіть підписи.



| | |
|---------------------------|-----|
| Назва частини мікроскопу: | |
| a – | 3 – |
| б – | 4 – |
| 1 – | 5 – |
| 2 – | 6 – |

5. Заповніть таблицю: «Будова світлового мікроскопа».

| <i>Системи мікроскопа</i> | <i>Частини, які входять до складу системи</i> | <i>Характеристика та функції частин</i> |
|---------------------------|---|---|
| | | |
| | | |
| | | |

6. На рисунку наведені моделі мікроскопів, що використовуються для виконання лабораторних досліджень. Уважно розгляньте прилади, вкажіть їх назву та призначення.



7. Заповніть таблицю: «Види сучасних мікроскопів».

| <i>Види мікроскопів</i> | <i>Принцип роботи</i> | <i>Сфера застосування</i> |
|-------------------------|-----------------------|---------------------------|
| <i>Електронні</i> | | |
| <i>Цифрові</i> | | |
| <i>Біологічні</i> | | |
| <i>Металографічні</i> | | |
| <i>Стереомікроскопи</i> | | |

8. Охарактеризуйте кишенькові мікроскопи.

9. Дайте визначення поняттям:

Мікроскопічні методи дослідження – _____

Мікроскоп – _____

Флуоресценція – _____

Фосфоресценція – _____

Оптична вісь – _____

- Об'єктив – _____

- Сферична аберация – _____

- Нативний препарат – _____

- Постійний препарат – _____

- Мікроскопіювання – _____

- Мікротом – _____

- Ультрамiкромом – _____

- Кріотом – _____

- Тотальний препарат – _____

- Мазок – _____

- Зріз – _____

- Шліф – _____

- Фокусна відстань – _____

- Імерсія – _____

- Імерсійна система – _____

- Апертура – _____

- Роздільна здатність – _____

- Збільшення мікроскопа – _____

Конденсор – _____

Діафрагма – _____

Окуляр – _____

Тубус – _____

Контрольні запитання

1. З яких частин складається мікроскоп?
2. Які об'єктиви розрізняють?
3. На якій властивості речовин заснована люмінесцентна мікроскопія?
4. Які межі збільшення світлового мікроскопа?
5. Яке призначення конденсора?
6. Яке зображення дає мікроскоп?
7. Що називається нативним препаратом і яка техніка його приготування?
8. Для чого змінюють забарвлення препаратів?
9. Які вимоги до препарату для мікроскопічного дослідження?
10. У чому перевага мікроскопів з імерсією і коли їх застосовують?
11. Які речовини використовують як барвники при виготовленні мікропрепаратів?
12. Що слугує імерсійною рідиною?

13. Чим відрізняються тимчасові та постійні мікропрепарати?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ

Мікроскоп є одним із найважливіших оптичних приладів, що використовується для вивчення об'єктів, невидимих або малопомітних неозброєним оком. Якість мікроскопічного дослідження залежить від правильного налаштування приладу, дотримання правил його експлуатації та належної підготовки мікропрепаратів. Одними з найважливіших характеристик мікроскопа є збільшення (показує, у скільки разів зображення об'єкта є більшим порівняно з його реальними розмірами) та роздільна здатність (характеризує можливість приладу розрізнити дві близько розташовані точки як окремі об'єкти). Загальне збільшення світлового мікроскопа визначається добутком збільшень об'єктива та окуляра, а висока роздільна здатність забезпечує отримання чіткого та деталізованого зображення клітин, тканин і мікроорганізмів.

Роботу з мікроскопом необхідно проводити у чистому приміщенні з достатнім освітленням, мінімальним рівнем вібрацій, відсутністю пилу та агресивних хімічних випарів. Перед початком дослідження слід забезпечити рівномірне освітлення поля зору та перевірити справність усіх елементів оптичної системи.

Догляд за мікроскопом та його зберігання

Мікроскоп є високоточним оптичним приладом, тому потребує дбайливого поводження та регулярного догляду.

1. Після завершення роботи мікроскоп слід зберігати у футлярі, спеціальному ящику або під захисним ковпаком для запобігання забрудненню пилом і пошкодженню оптичних елементів.

2. Корпус приладу необхідно періодично очищати від пилу м'якою сухою тканиною.

3. Лінзи окуляра, об'єктива, конденсора та дзеркала повинні бути чистими. Для їхнього очищення використовують спеціальні серветки для оптики, м'які пензлики або безворсові тканини.

4. Забороняється торкатися поверхні лінз пальцями, оскільки жирові забруднення погіршують якість зображення. Якщо на поверхню лінз потрапили пил або забруднення, їх видаляють спеціальними засобами для очищення оптичних поверхонь. Розбирати об'єктиви або окуляри самостійно забороняється.

5. Предметний столик необхідно підтримувати в чистоті та регулярно очищати від залишків реактивів або пилу.

6. Предметні скельця та готові мікропрепарати беруть лише за краї, не торкаючись центральної частини руками.

7. Готові препарати рекомендується зберігати у спеціальних коробках або контейнерах, що захищають їх від механічних пошкоджень і забруднення.

Виготовлення препаратів для мікроскопування

Для мікроскопічного дослідження використовують спеціально підготовлені препарати, виготовлені з крові, тканин рослин і тварин, мікроорганізмів, виділень організму та інших біологічних об'єктів.

Мікропрепарат – це об'єкт дослідження, розміщений на предметному склі та підготовлений для вивчення під мікроскопом. Зверху його накривають покривним скельцем для захисту та рівномірного розподілу матеріалу. Стандартний розмір предметного скла становить 25 × 75 мм.

За тривалістю зберігання розрізняють:

- тимчасові (нативні) препарати;
- постійні препарати.

Тимчасові препарати виготовляють без складної обробки та досліджують одразу після приготування. Постійні препарати проходять спеціальну обробку й можуть зберігатися протягом багатьох років.

Залежно від характеру досліджуваного матеріалу розрізняють:

- тотальні препарати;
- мазки;
- зрізи;
- шліфи.

Мікротоми та їх призначення

Для виготовлення тонких зрізів тканин використовують спеціальні прилади – *мікротоми*.

Мікротом – це прилад для отримання серійних зрізів біологічного матеріалу заданої товщини з метою подальшого мікроскопічного дослідження.

Сучасні мікротоми дозволяють отримувати зрізи товщиною від 1 до 60 мкм.

Основними різновидами є:

- ✓ ротаційні мікротоми;
- ✓ санні мікротоми;
- ✓ кріотоми;
- ✓ ультрамікротоми.

Ультрамікротоми використовують для отримання надтонких зрізів товщиною 10–100 нм під час підготовки матеріалу до електронної мікроскопії.

Кріотоми працюють за низьких температур і дають можливість швидко виготовляти зрізи без тривалої процедури фіксації та зневоднення тканин.

Техніка виготовлення тимчасових (нативних) мікропрепаратів

Виготовлення нативних препаратів є найпростішим способом підготовки матеріалу до мікроскопічного дослідження.

Основні етапи:

1. На чисте предметне скло наносять невелику кількість досліджуваного матеріалу. За необхідності додають краплю очищеної води, фізіологічного розчину або гліцерину для запобігання висиханню препарату.

2. Для підвищення контрастності застосовують різні методи забарвлення залежно від об'єкта дослідження.

3. Матеріал рівномірно розподіляють на склі та обережно накривають покривним скельцем, уникаючи утворення повітряних бульбашок.

Тимчасові препарати зберігаються обмежений час. Для подовження терміну їх використання краї покривного скельця можна герметизувати тонким шаром вазеліну або спеціального монтажного середовища.

Виготовлення гістологічних препаратів

Гістологічні препарати виготовляють для детального вивчення тканин і клітинних структур.

Основні етапи підготовки:

1. Тканини обробляють спиртами, формаліном або фіксувальними сумішами, просочують парафіном або іншими заливальними середовищами.

2. Потім тканину нарізують найтоншими шарами за допомогою спеціального приладу – мікротома.

3. Після цього зрізи фарбують складними сумішами фарб, сріблом та ін.

4. Зрізи закріплюють на предметному склі за допомогою адгезивних середовищ.

5. Для виготовлення постійних препаратів використовують середовища (канадський бальзам або його сучасні аналоги).

6. Правильно виготовлені гістологічні препарати можуть зберігатися десятки років без втрати якості.

Правила роботи з оптичним мікроскопом:

1. Виймати мікроскоп з футляра слід, тримаючи його однією рукою за тубусотримач, а іншою підтримуючи підставку.

2. Ставити мікроскоп на робоче місце (перед собою ближче до лівого плеча) необхідно м'яко, уникаючи різких поштовхів. Праворуч від мікроскопа кладуть робочий журнал, в якому ведуться записи, малюнки спостережень. Мікроскопують сидячи у зручній позі.

3. Після наведення освітлення мікроскоп до кінця роботи не переставляють, оскільки це призводить до порушення умов освітлення.

Слід уникати надто яскравого освітлення, оскільки воно може засліпити око, яке на деякий час втрачає чутливість.

4. Під час роботи з монокулярним мікроскопом друге око рекомендується не заплющувати для зменшення втоми.

5. Матеріал, що вивчають під мікроскопом, повинен бути тоненьким. Грубий препарат не пропускає світло і у мікроскоп можна побачити лише його контури.

6. Препарат спочатку розглядають при малому збільшенні, а потім при великому.

7. При роботі з мікроскопом у режимі великого збільшення (об'єktiv 90) необхідно користуватися імерсійною олією.

8. Під час роботи потрібно стежити за чистотою об'єktivів, не допускати потрапляння рідини на лінзи.

9. Після закінчення роботи мікроскоп переводять у режим малого збільшення (об'єktiv 8) і лише тоді препарат знімають з предметного столика.

Налаштування мікроскопа для роботи на малому збільшенні:

1. Револьверною системою підвести об'єktiv малого збільшення (8) під тубус до легкого клацання.

2. Об'єktiv потрібно повністю підвести під тубус і не зміщувати від центру, інакше спостерігатиметься неповне освітлення поля зору (світле коло, яке можна побачити неозброєним оком).

3. Налаштувати систему освітлення мікроскопа.

4. Помістити мікропрепарат на предметний столик так, щоб прикритий накривним склом досліджуваній матеріал знаходився над серединою отвору в предметному столику і світло проходило крізь нього.

5. Не дивлячись в окуляр, рухом макрометричного гвинта за годинниковою стрілкою об'єktiv наблизити до мікропрепарату на предметному столику приблизно на 0,5 см.

6. Дивлячись в окуляр мікроскопа, повільно підняти тубус рухом макрогвинта проти годинникової стрілки на такий рівень, за якого з'явиться чітке зображення, тобто об'єкт потрапить у фокус.

7. Розглянути загальний вигляд мікропрепарату при малому збільшенні. У разі потреби перемістити препарат на предметному столику вліво і вправо, до себе і від себе. Це допоможе локалізувати певні точки на ньому або стежити за об'єктом, що рухається.

8. Завершити роботу з мікроскопом.

Налаштування мікроскопа для роботи при великому збільшенні:

1. Налаштувати мікроскоп для роботи на малому збільшенні (об'єktiv 8).

2. Мікропрепарат закріпити клемами так, щоб мікроознака, яку потрібно розглянути при великому збільшенні, знаходилась у центрі поля зору.

3. За допомогою револьверної системи змінити об'єктиви з 8 на 20 або 40 до легкого клацання.

4. У разі потреби підсилити освітлення: відкрити діафрагму та підняти конденсор до середнього положення.

5. Чіткість зображення препарату забезпечують за допомогою макрометричного гвинта, який повільно обертають проти годинникової стрілки. Фокусна відстань при великому збільшенні дорівнює приблизно 2–3 мм.

Мікрогвинтом користуються тоді, коли фокус уже наведений на препарат. Під час роботи з мікрометричним гвинтом фокусна відстань зміщується і це дає змогу розглянути весь зріз препарату.

6. Розглянути препарат при великому збільшенні.

7. Завершити роботу з мікроскопом.

Імерсійне мікроскопування

Імерсія (імерсійний метод мікроскопічного дослідження) в оптичній мікроскопії – це введення між об'єктивом мікроскопа і досліджуванним об'єктом рідини для підсилення яскравості і розширення меж збільшення зображення. Така рідина називається імерсійною. Найчастіше як імерсійну рідину використовують спеціальну імерсійну олію, показник заломлення якої близький до показника заломлення скла.

Імерсійна система (від пізньолат. *immersio* – занурення) – це оптична система мікроскопа, в якій простір між досліджуванним об'єктом і першою лінзою об'єктива заповнений імерсійною рідиною з великим показником заломлення.

Включення об'єктива до складу імерсійної системи дає можливість підвищити його апертуру і, відповідно, роздільну здатність мікроскопа.

Апертура (від лат. *apertura* – отвір) – характеристика оптичного приладу, яка описує його здатність збирати світло і протистояти дифракційному розмиттю деталей зображення. Тобто в імерсійній системі зменшується розсіювання світла і тим самим збільшується контраст зображення. Імерсійну рідину використовують для створення між препаратом і об'єктивом однорідного середовища, яке заломлює світлові промені так само, як і лінзи об'єктива. Це сприяє отриманню чіткого зображення при великому збільшенні.

Налаштування мікроскопа для роботи з імерсійним об'єктивом:

1. Нанести краплю імерсійної олії на препарат.
2. Перевести мікроскоп на імерсійний об'єктив.
3. Обережно занурити фронтальну лінзу в олію.
4. Навести різкість мікрогвинтом.
5. Провести спостереження.
6. Після роботи видалити залишки олії.

Завершення роботи з мікроскопом:

1. Встановити об'єктив МЗ (8).
2. Макрогвинтом підняти тубус і прибрати з предметного столика мікропрепарат. Не витягувати мікропрепарат з-під опущених над ним об'єктивів (поб'ється).
3. Якщо працювали з імерсійною рідиною, то необхідно:
 - а) витерти рідину з мікропрепарату чистою серветкою, а з об'єктива та лінзи конденсора промокнути фільтрувальним папером;
 - б) протерти об'єктив, лінзу конденсора та мікропрепарат серветкою, змоченою етанолом.
4. Покласти на предметний столик чисту суху марлеву серветку і опустити на неї об'єктив МЗ (8).
5. Протерти мікроскоп чистою м'якою серветкою.
6. Помістити мікроскоп у футляр.

ІНСТРУКЦІЇ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Завдання № 1. Виготовлення препарату з клітин елодеї.

Реактиви та обладнання: мікроскоп, фільтрувальний папір, препарувальна голка, предметне скло, покривне скельце, скальпель, піпетка Пастера, чашка Петрі, листочок елодеї.

Хід роботи:

Із чашки Петрі взяти листочок елодеї та покласти на предметне скло в краплину води. Накрити покривним скельцем і розглянути за допомогою малого збільшення мікроскопа. В клітинах відмітити наявність зелених пластид овальної форми. Зробити висновок, що це за тип пластид і які функції вони виконують в рослинному організмі. Замалуйте їх.

Результати роботи та висновки:

Завдання № 2. Виготовлення мазків крові. Забарвлення мазків крові за методом Романовського-Гімзи.

Реактиви та обладнання: мікроскоп, фільтрувальний папір, предметне скло, покривне скельце, піпетка Пастера, кров тварини, барвники (азур II та еозин).

Мазки крові виготовляють на тонких, чистих і ретельно знежирених предметних скельцях. Крапля крові, нанесена на холодне знежирене скельце, повинна рівномірно розтікатися, а не збиратись у дрібні крапельки.

А. Для приготування мазка краплину крові наносять на предметне скельце. Краєм іншого трохи вужчого і шліфованого скельця, нахиливши його під кутом $\approx 45^\circ$ торкаються краплі крові. Кров при дотику до неї шліфованого скельця розтікається вздовж його краю. Після цього швидко і обережно проводять шліфованим скельцем у напрямку до протилежного краю предметного скельця. Внаслідок капілярності кров захоплюється краєм верхнього скла і під час руху розмазується по нижньому склі. Правильно виготовлений препарат виходить тонким, рівномірним, дещо просвічує та має жовтувате забарвлення.

Б. Забарвлення мазків крові за методом Романовського-Гімзи. В методі Романовського-Гімзи використовується суміш двох барвників: азур II (основний барвник синього кольору) та еозин (кислий барвник рожевого кольору).

Хід роботи:

1. Виготовлення мазків крові (п.А).
2. Висушування мазків крові на повітрі – кілька хвилин.
3. Фарбування мазків барвником Романовського-Гімзи – 15–30 хв. (слід підбирати експериментально).
4. Дистильована вода – промити.
5. Висушування на повітрі – кілька хвилин.
6. Розглянути під мікроскопом.

Очікуваний результат: Еритроцити рожеві. Ядра лейкоцитів червонувато-фіолетові. Цитоплазма лімфоцитів та моноцитів голуба або синювата. Цитоплазма гранулоцитів світло-рожева. Гранули нейтрофілів рожеві. Гранули еозинофілів червоні. Гранули базофілів темно-фіолетові. Тромбоцити – зовнішня частина більш світла синя, внутрішня частина більш темна фіолетова.

Результати роботи (заповніть таблицю).

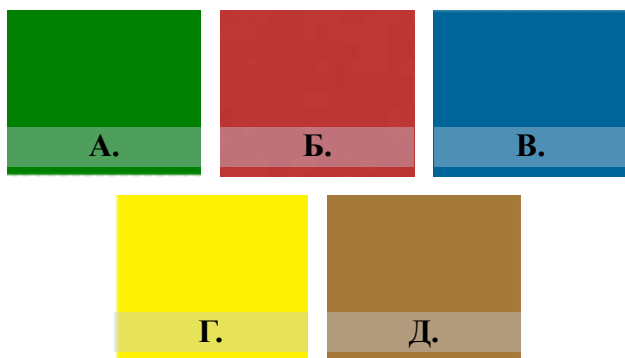
| Формений елемент | Особливості будови | Забарвлення |
|------------------|--------------------|-------------|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

4. Встановіть співвідношення між кваліфікацією реактиву та кольором смужки на його етикетці.



1. «особливо чистий»
2. «чистий»
3. «хімічно чистий»
4. «чистий для аналізу»
5. «технічний»

- 1 –
- 2 –
- 3 –
- 4 –
- 5 –

5. Вкажіть обов'язків асортимент реактивів для контрольно-аналітичних лабораторій.

6. Розподіліть на дві групи реактиви: хлоридна кислота, нітратна кислота, сульфатна кислота, луги (натрій і калій гідроксиди), розчин амоніаку, окисники, оксиди (кальцію та барію), деякі неорганічні солі, радіоактивні реагенти, індикатори, «реактив Грісса», «реактив Неслера».

| <i>Реактиви загального використання</i> |
|---|
| |

| <i>Реактиви спеціального використання</i> |
|---|
| |

7. Заповніть таблицю: «Класи домішок у реактивах».

| Клас | Сума домішок, % | Клас | Сума домішок, % |
|------|-----------------|------|-----------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

8. Зазначте, які відомості необхідно зазначати на етикетці первинної та вторинної тари.

| <i>Первинна тара</i> | <i>Вторинна тара</i> |
|----------------------|----------------------|
| | |

9. Розгляньте попереджувальні знаки, які зображають на пакуванні реактивів. Вкажіть, що вони позначають.



10. Заповніть таблицю: «Оцифровка тари».

| <i>Цифра</i> | <i>Значення</i> |
|--------------|-----------------|
| 1 | |
| 2 | |
| 3 | |
| 4 | |
| 5 | |
| 6 | |
| 7 | |
| 8 | |
| 9 | |
| 10 | |

11. Заповніть таблицю: «Властивості найважливіших лабораторних реактивів».

| <i>Реактив</i> | <i>Формула</i> | <i>Фізико-хімічні властивості</i> | <i>Вплив на організм</i> | <i>Перша домедична допомога</i> |
|--------------------|----------------|-----------------------------------|--------------------------|---------------------------------|
| Формальдегід | | | | |
| Ацетальдегід | | | | |
| Алюміній хлорид | | | | |
| Натрій амід | | | | |
| Амоніак | | | | |
| Ангідрид ацетатний | | | | |
| Ацетон | | | | |
| Бензен | | | | |
| Бром | | | | |
| Гексан | | | | |
| Диметилсульфат | | | | |
| Калій | | | | |
| Кислота сульфатна | | | | |
| Кислота нітратна | | | | |
| Хлоридна кислота | | | | |

| | | | | |
|------------------|--|--|--|--|
| Кислота ацетатна | | | | |
| Натрій | | | | |
| Ртуть | | | | |
| Сірководень | | | | |
| Спирт метиловий | | | | |
| Толуен | | | | |
| Тетрахлорметан | | | | |

12. Встановіть відповідність (позначте стрілочками) між реактивами та правилами їх зберігання.

| | |
|---|---|
| <i>Горючі і вибухонебезпечні речовини</i> | Зберігаються у спеціальних бутлях із притертим скляним корком, зверху на який одягають скляний притертий ковпачок |
| <i>Розчини лугу</i> | Зберігають у балонах, розміщених у безпечних місцях |
| <i>Гази</i> | Повинні міститися в товстостінних ємностях та зберігатися в залізних ящиках |
| <i>Отруйні та сильнодіючі речовини</i> | Повинні бути закупорені корковими або притертими скляними корками |
| <i>Концентровані розчини кислот</i> | Повинні знаходитись у сейфі, ключі від якого знаходяться у керівника лабораторії |
| <i>Органічні розчинники</i> | Закупорюють гумовими корками (бо зі скляними вони реагують з вуглекислим газом повітря і в проміжку між внутрішньою поверхнею шийки склянки і зовнішнього корка утворюється шар карбонатів, які заклинюють корок) |
| <i>Легкозаймисті речовини (ацетон, бензин, бензин тощо)</i> | Зберігаються у банках із медичним тарним забарвленим склом |
| <i>Чутливі до світла реактиви (йод, арсентум нітрат, гідроген пероксид)</i> | Не можуть зберігатися разом з бромом, калій перманганатом, сульфатною та нітратною кислотами, хлоратами і селітрами, ртутними солями) |

13. Заповніть таблицю: «Методи очищення хімічних реактивів».

| <i>Метод</i> | <i>Характеристика</i> |
|-----------------------------------|-----------------------|
| Перекристалізація | |
| Перегонка або дистиляція | |
| Очищення методом сублімації. | |
| Зневоднення органічних реактивів. | |

14. Дайте визначення поняттям:

Речовина – _____

Реактив – _____

Перекристалізація – _____

Дистиляція – _____

Органічні реактиви – _____

Неорганічні реактиви – _____

Розчинники – _____

Індикатори – _____

Кваліфікація реактиву – _____

Упаковка – _____

Тара – _____

Контрольні запитання

1. Чому кожен працівник лабораторії має знати властивості реактивів?

2. Які є способи очищення хімічних реактивів?
3. На які групи поділяють хімічні реактиви за їх властивостями?
4. Як слід підбирати пробки для зберігання різних хімічних реактивів?
5. Які реактиви використовуються для проведення аналітичних робіт?
6. Як зберігати великі кількості концентрованих кислот?
7. Чому реактиви не можна зберігати відкритими?
8. Чому при розведенні концентрованої сульфатної кислоти не можна вливати воду в кислоту?
9. Чому не можна зберігати реактиви без етикетки?
10. Чи можна разом зберігати тверді та рідкі реактиви?
11. У якому посуді зберігають хімічні реактиви?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ

Правила зберігання та безпечного використання хімічних реактивів

Правильне зберігання хімічних реактивів є необхідною умовою забезпечення безпеки лабораторних робіт, збереження якості реактивів та отримання достовірних результатів досліджень. Недотримання правил зберігання може призвести до зміни хімічних властивостей речовин, їх забруднення, втрати активності, а також створення пожежо- та вибухонебезпечних ситуацій.

Правила зберігання хімічних реактивів:

1. Усі ємності з реактивами повинні мати чітку та добре читабельну етикетку, на якій зазначають назву речовини, хімічну формулу (за потреби), концентрацію розчину, дату приготування або відкриття упаковки, а також інформацію про небезпечні властивості та умови зберігання.

2. Хімічні реактиви зберігають у спеціально призначеному лабораторному посуді (штанглазах, склянках, бутлях) або в заводській упаковці. Після відкриття поліетиленових пакетів сипкі речовини рекомендується пересипати в герметичний посуд, що забезпечує захист від вологи, пилу та сторонніх домішок. Під час виконання цієї операції необхідно використовувати засоби індивідуального захисту: лабораторний халат, захисні окуляри, рукавички та, за необхідності, респіратор.

3. Ємності з реактивами повинні бути щільно закритими для запобігання випаровуванню, окисненню або поглинанню вологи з повітря. Залежно від властивостей речовин використовують полімерні, гумові або притерті скляні пробки. Для забезпечення

герметичності використовують притерті скляні пробки, полімерні кришки або спеціальні ущільнювачі. Необхідно враховувати хімічну стійкість матеріалу пробок. Гумові корки набухають під дією багатьох органічних розчинників (етанолу, ацетону, бензену, діетилового етеру), а під впливом галогенів втрачають еластичність і руйнуються. Тому для таких речовин використовують притерті скляні пробки.

4. Концентровані кислоти зберігають у спеціальних скляних бутлях із притертими пробками та додатковими захисними ковпачками, що запобігають випаровуванню й поглинанню вологи.

5. Розчини лугів рекомендується зберігати в посуді з полімерними або гумовими корками, оскільки при тривалому зберіганні в посуді з притертими скляними пробками можливе утворення карбонатних відкладень, що спричиняє заклинювання пробок та ускладнює відкриття ємностей.

6. Речовини, здатні активно поглинати вологу або реагувати з водяною парою, необхідно зберігати в герметично закритій тарі. Для додаткового захисту використовують парафінування або спеціальні захисні ковпачки.

7. Світлочутливі реактиви (йод, аргентум нітрат, калій перманганат, гідроген пероксид, діетиловий етер та ін.) слід зберігати у флаконах із темного скла, яке запобігає фотохімічному розкладанню та втраті активності речовин.

8. Органічні розчинники (ацетон, бензен, толуен, гексан, етилацетат, дихлороетан та інші леткі сполуки) зберігають у щільно закритих скляних ємностях із притертими або корковими пробками, окремо від джерел тепла та відкритого полум'я.

9. Газоподібні речовини зберігають у сертифікованих балонах, які розміщують у спеціально обладнаних, добре вентиляованих приміщеннях із дотриманням вимог пожежної та вибухової безпеки.

10. Токсичні, сильнодіючі, високотоксичні та прекурсорні речовини повинні зберігатися в металевих сейфах або спеціальних шафах, що надійно замикаються. Їх облік ведуть у відповідних журналах, а видача здійснюється лише відповідальними особами.

11. Категорично забороняється розміщувати поруч сполуки, взаємодія яких може супроводжуватися виділенням значної кількості теплоти, утворенням токсичних газів, вибухонебезпечних сумішей або самозайманням. Наприклад, легкозаймисті рідини не допускається зберігати разом із сильними окисниками, концентрованими кислотами, хлоратами, нітратами, карбідами та балонами зі стисненими газами.

12. У приміщеннях для зберігання кислот обов'язково повинні знаходитися нейтралізувальні засоби (розчини натрій гідрогенкарбонату, кальцій гідроксиду або інші дозволені нейтралізатори), які використовують у разі аварійного розливу реактивів.

13. Реактиви необхідно утримувати в чистоті, запобігаючи потраплянню сторонніх домішок. До використання допускаються лише речовини з чітким маркуванням і відомим складом. Застосування невідомих або немаркованих реактивів категорично забороняється.

14. Перед початком роботи з новою речовиною необхідно ознайомитися з її фізико-хімічними властивостями, токсикологічними характеристиками, класом небезпеки та заходами першої допомоги при можливих ураженнях.

15. Перед відбиранням реактиву слід очистити шийку посудини від пилу, залишків парафіну або інших забруднень. Для визначення запаху речовини застосовують метод «обмахування», за якого легкими рухами руки спрямовують невелику кількість парів або повітря від посудини в напрямку носа, не допускаючи безпосереднього вдихання над відкритою ємністю.

16. Отруйні рідини, концентровані кислоти та луги відбирають лише за допомогою піпеток, дозаторів або спеціальних пристроїв. Відкривання посудин із концентрованими кислотами, лугами та леткими токсичними речовинами здійснюють виключно у витяжній шафі за працюючої вентиляції.

17. Під час роботи з порошкоподібними речовинами, здатними утворювати пил, необхідно використовувати засоби захисту органів дихання та уникати їх потрапляння на шкіру й слизові оболонки.

18. При приготуванні розчинів концентрованих кислот кислоту завжди додають до води невеликими порціями при постійному перемішуванні. Додавання води до кислоти може спричинити інтенсивне розбризкування та тяжкі хімічні опіки. У разі розливу кислоти забруднену ділянку спочатку засипають сухим піском або іншим абсорбентом, після чого проводять нейтралізацію відповідним реагентом (залежно від природи пролитої речовини) та ретельно промивають великою кількістю води.

19. Роботу з легкозаймистими речовинами виконують лише у витяжній шафі за відсутності відкритого полум'я, нагрівальних приладів та інших джерел займання. Запаси таких речовин у робочому приміщенні повинні бути мінімальними. Лабораторія має бути забезпечена первинними засобами пожежогасіння (вогнегасниками, ящиками з піском, протипожежними покривалами тощо).

20. Ємності з леткими речовинами відкривають лише на час безпосереднього використання та відразу герметично закривають після завершення роботи. Реактиви, що були розсипані або розлиті, не повертають до основної тари, а збирають окремо та утилізують відповідно до встановлених вимог.

21. Для полегшення пошуку та контролю реактиви рекомендується розміщувати на полицях за хімічними класами або в алфавітному порядку. Усі ємності повинні бути повернуті етикетками до працівника, що забезпечує швидку ідентифікацію речовин та знижує ризик помилкового використання реактивів.

Увага! Хімічні реактиви категорично забороняється пробувати на смак або використовувати без попереднього ознайомлення з їх властивостями та вимогами безпеки.

Подрібнення та перемішування реактивів

Подрібнення – це механічний процес зменшення розмірів твердих матеріалів шляхом руйнування міжчастинкових зв'язків під дією зовнішніх сил. Ця операція належить до найважливіших підготовчих етапів лабораторного експерименту, оскільки забезпечує однорідність досліджуваного матеріалу, збільшує площу контакту реагуючих речовин та сприяє прискоренню фізико-хімічних процесів.

Подрібнення застосовують для одержання однорідних сумішей, підготовки середніх проб для аналізу, підвищення швидкості перебігу хімічних реакцій, полегшення процесів екстрагування та розчинення, збільшення площі поверхні контакту речовин.

Основною характеристикою процесу є *ступінь подрібнення* – відношення середнього розміру частинок вихідного матеріалу до середнього розміру частинок після здрибнювання.

Вибір способу подрібнення залежить від фізичних і хімічних властивостей речовини, а також від мети дослідження. Для проведення хімічних реакцій зазвичай застосовують тонке або надтонке подрібнення, тоді як для екстрагування або перегонки з водяною парою часто достатньо грубого подрібнення.

Подрібнення може виконуватися вручну або механічним способом.

Для ручного подрібнення використовують ступки різних типів:

- ✓ *металеві* – для твердих матеріалів, великих кристалів та шматків речовин;
- ✓ *порцелянові* – для більшості лабораторних реактивів;
- ✓ *агатові* – для підготовки аналітичних проб високої чистоти та уникнення забруднення зразка.

Методика подрібнення речовин:

1. Речовину подрібнюють невеликими порціями.
2. Розмір ступки добирають таким чином, щоб речовина займала не більше третини її об'єму.
3. Подрібнення здійснюють плавними обертальними рухами товкачика, періодично збираючи матеріал до центру ступки.

4. Для запобігання втратам матеріалу стінки ступки та поверхню товкачика очищають шпателем.

5. Біологічні матеріали, екстракти або вологі зразки, які мають властивість налипати на поверхню ступки, перед подрібненням змішують з інертними абразивними матеріалами – кварцовий пісок, пемзу або інші інертні абразивні матеріали.

Для механічного подрібнення використовують кульові, роторні або ножові лабораторні млини, конструкція яких залежить від фізичних властивостей матеріалу та необхідного ступеня подрібнення.

Правила безпечної роботи під час подрібнення

Подрібнення збільшує площу поверхні речовини, що може значно підвищувати її реакційну здатність, а в окремих випадках – створювати пожежо- та вибухонебезпечні ситуації, тому перед подрібненням невідомих речовин необхідно провести попередню оцінку їхніх фізико-хімічних властивостей.

Роботу з пожежо- та вибухонебезпечними речовинами виконують відповідно до спеціальних інструкцій з охорони праці та під постійним контролем викладача.

Перемішування та змішування речовин

Перемішування – це процес механічного розподілу компонентів у рідких або газоподібних системах з метою одержання однорідного середовища. Для твердих сипких матеріалів аналогічний процес називають *змішуванням*.

Перемішування має важливе значення для лабораторної практики, оскільки забезпечує кращий контакт між реагуючими фазами, прискорення процесів дифузії, вирівнювання концентрації компонентів у всьому об'ємі системи, інтенсифікацію перебігу хімічних реакцій, запобігання локальному перегріванню або накопиченню реагентів.

Залежно від умов проведення експерименту перемішування може здійснюватися вручну або механічно.

Під час роботи з невеликими об'ємами рідин використовують:

- ✓ скляні палички;
- ✓ струшування посудини;
- ✓ кругові рухи колбою;
- ✓ багаторазове перевертання герметично закритої ємності.

Ефективність перемішування визначається фізичними властивостями системи (в'язкістю, густиною, дисперсністю компонентів), температурою та інтенсивністю механічного впливу.

Увага! Якщо реакція супроводжується інтенсивним виділенням газів або парів, струшування використовувати не рекомендується через небезпеку підвищення тиску та розбризкування реакційної суміші.

Способи виділення й очищення речовин

Методи виділення й очищення речовини мають особливе значення, оскільки процеси її утворення звичайно супроводжуються побічними реакціями і вона виявляється забрудненою різними домішками.

Методами, які використовують в лабораторній практиці з метою розділення сумішей на окремі компоненти, є:

- ✓ фільтрування;
- ✓ центрифугування;
- ✓ кристалізація (перекристалізація);
- ✓ сублімація;
- ✓ перегонка;
- ✓ екстракція;
- ✓ висушування;
- ✓ випарювання тощо.

Для механічного розділення твердої фази від рідкої у лабораторії користуються рядом прийомів. У найпростішому випадку твердий осад можна відокремити від рідкої фази

шляхом *декантації* – простим зливанням рідини з поверхні твердої речовини. Декантація застосовується у випадках, коли в порівняно великій кількості рідини знаходиться небагато твердої речовини, яка осідає на дно посуду.

Однак при цьому неможливо повністю відокремити рідину, тому для отримання чистого осаду слід використовувати фільтрування або центрифугування.

Фільтрування – процес механічного розділення рідких або газоподібних дисперсних систем за допомогою пористих перегородок (фільтрів), які мають властивості пропускати дисперсійне середовище та затримувати частинки, розміри яких перевищують діаметр пор перегородки.

Тверді частинки, які затримуються фільтром, називаються осадом, а розчин, який пройшов крізь фільтр – фільтратом.

Використовують такі види фільтрування:

а) розділення суспензій – відділення осаду, який затримується на фільтрі, від фільтрату;

б) згущування суспензій – підвищення в них концентрації твердої фази шляхом видалення через фільтр деякої частини рідкої фази;

в) освітлення рідин – очищення від невеликої кількості тонких суспензій, що містяться в них.

Фільтрування здійснюють різними способами. Вибір способу фільтрування залежить від властивостей розчинника і осаду, який слід відділити.

Центрифугування – це процес розділення неоднорідних рідких середовищ або дисперсних систем під дією відцентрових сил на дві фази. Його застосовують в тому випадку, коли неможливе фільтрування (забиваються пори фільтра, речовини псуються при зіткненні з фільтрувальним матеріалом тощо) або дослідження слід провести швидко.

Центрифугування здійснюється в приладах – центрифугах, які мають гнізда для центрифужних пробірок.

Перекристалізація – ґрунтується на зміні розчинності речовини в обраному розчиннику залежно від температури. Метод передбачає розчинення речовини в гарячому розчиннику та її кристалізацію під час охолодження розчину.

Стадії процесу перекристалізації:

1. Вибір розчинника.
2. Приготування насиченого гарячого розчину.
3. «Гаряче» фільтрування.
4. Охолодження розчину.
5. Відділення кристалів.
6. Промивання кристалів розчинником.
7. Висушування.

Сублімація – процес випаровування твердої речовини з наступною конденсацією її парів безпосередньо у тверду речовину, оминаючи рідку фазу. Цю властивість мають речовини з молекулярними кристалічними ґратками. Сублімацію застосовують для очищення таких речовин, кристалізація яких утруднена: сірка, йод, амоній хлорид.

Сублімацію застосовують для очищення речовин, здатних переходити з твердого стану безпосередньо в газоподібний. Метод широко використовують для очищення йоду, сірки, амоній хлориду та деяких органічних сполук. Недоліками сублімації є відносно велика тривалість процесу й обмеженість застосування.

Перегонка (дистиляція) – це метод розділення рідких сумішей або очищення рідин, який ґрунтується на відмінностях у температурах кипіння та леткості компонентів. Перегонка ґрунтується на різній леткості компонентів суміші за однієї температури, при перегонці всі компоненти суміші переходять у газоподібний стан у кількостях, пропорційних їх леткості. У результаті конденсації пари одержують рідину, склад якої відрізняється від складу вихідної суміші. Цей метод доцільний у тому випадку, коли

4. Наведіть основні правила фільтрування.

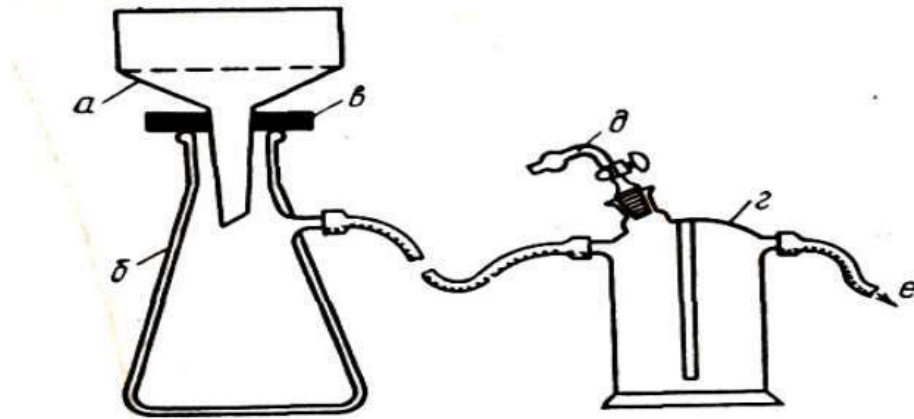
5. Заповніть таблицю: «Класи скляних фільтрів».

| Клас | Товщина | Використання |
|---------|---------|--------------|
| Клас 00 | | |
| Клас 0 | | |
| Клас 1 | | |
| Клас 2 | | |
| Клас 3 | | |
| Клас 4 | | |
| Клас 5 | | |

6. Заповніть таблицю: «Способи фільтрування».

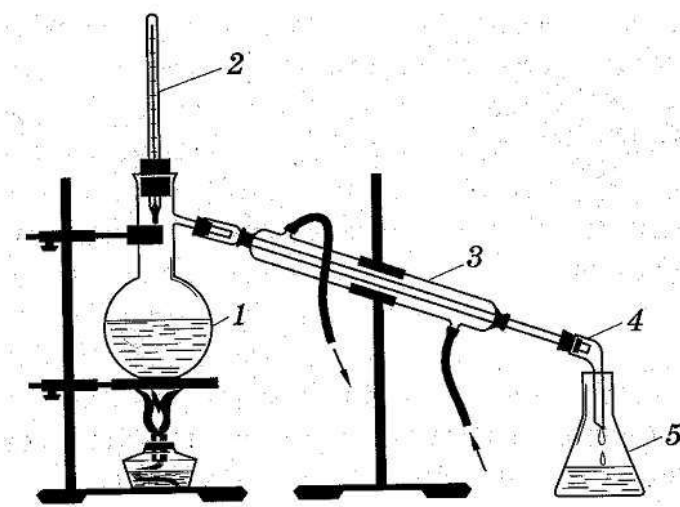
| <i>Спосіб фільтрування</i> | <i>Фільтри</i> |
|---|----------------|
| Фільтрування при охолодженні | |
| Гаряче фільтрування | |
| Фільтрування при звичайному тиску | |
| Фільтрування під вакуумом | |
| Фільтрування в атмосфері інертного газу | |

7. Підпишіть рисунок: «Прилад для фільтрування з відсмоктуванням».



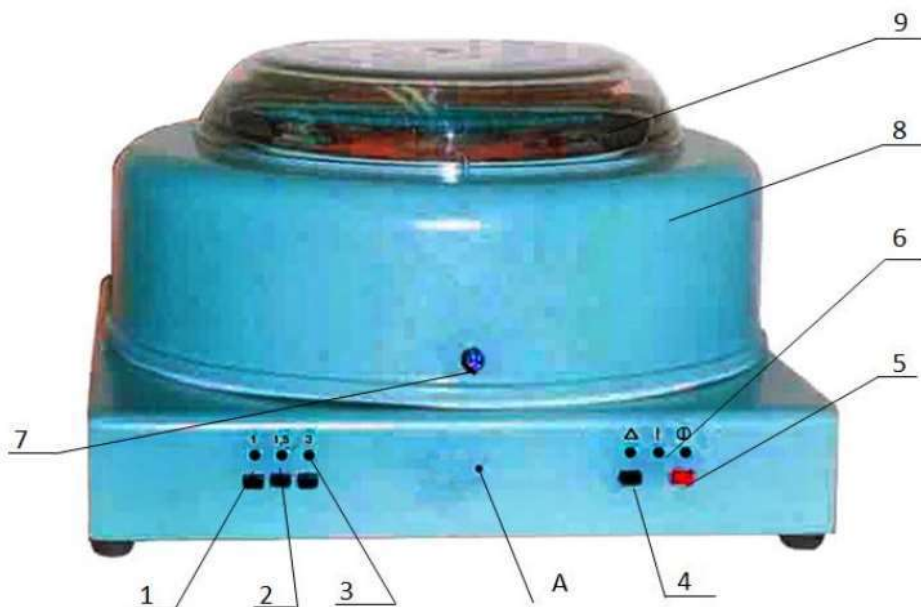
а –
б –
в –
г –
д –
е –

8. Зробіть підписи до рисунку: «Апарат для перегонки рідини».



1 –
2 –
3 –
4 –
–

9. Зробіть підписи до рисунку: «Розташування і призначення органів управління медичної центрифуги типу ОПн-3».



А –
1 –
2 –
3 –
4 –
5 –
6 –
7 –
8 –
9 –

10. Занотуйте призначення та принципи роботи центрифуги. Наведіть основні правила роботи із центрифугою.

11. Дайте визначення поняттям:

Фільтрування – _____

Центрифугування – _____

Фільтрат – _____

Декантація – _____

Згущення – _____

Освітлення – _____

Сублімація – _____

Дистиляція – _____

Аквадистилятор – _____

Перекристалізація – _____

Контрольні запитання

1. Які існують фільтрувальні матеріали?

2. Які є способи фільтрування?

3. Для чого промивають осад на фільтрі?

4. Які є способи прискорення фільтрування?
5. У яких випадках користуються скляними тиглями або лійками з пористим дном?
6. У яких випадках застосовують гаряче фільтрування?
7. Від чого залежить вибір фільтруючого матеріалу?
8. Чим відрізняються звичайні та беззольні фільтри?
9. В чому перевага складчастого фільтру над паперовим?
10. Який спосіб фільтрування є найбільш простим?
11. З якою метою використовується метод центрифугування?
12. Які сили діють на осаджену частинку?
13. Які фактори впливають на швидкість осадження?
14. Які методи центрифугування застосовуються?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ:

У лабораторній практиці одним із найпоширеніших завдань є розділення неоднорідних систем, які складаються з двох або більше фаз. Для цього використовують методи механічного розділення сумішей, зокрема *фільтрування* та *центрифугування*.

Ці методи широко застосовують у хімічних, біологічних, біохімічних, екологічних та медичних дослідженнях для очищення розчинів, виділення осадів, підготовки проб до аналізу та отримання окремих компонентів сумішей.

Фільтрування – це процес механічного розділення неоднорідних систем за допомогою пористої перегородки (фільтра), яка пропускає рідку або газоподібну фазу та затримує тверді частинки.

Рідина, що проходить крізь фільтр, називається *фільтратом*, а тверда фаза, яка залишається на поверхні фільтра, – *осадам*.

Швидкість фільтрування залежить від низки чинників, зокрема від площі поверхні фільтра, пористості та товщини фільтрувального матеріалу, розміру частинок осаду, в'язкості рідини, температури середовища та різниці тиску по обидва боки фільтра.

Класифікація фільтрів та фільтрувальних матеріалів.

Ефективність процесу фільтрування значною мірою залежить від правильного вибору фільтрувального матеріалу, який повинен забезпечувати необхідний ступінь очищення рідини, бути хімічно стійким до компонентів системи, не вступати з ними в реакцію та не забруднювати фільтрат сторонніми домішками.

У лабораторній практиці використовують різні фільтрувальні матеріали: фільтрувальний папір, вату, марлю та спеціальні тканини, скловолокно, азбестоцелюлозні матеріали, пористе скло, неглазувану порцеляну, мембранні фільтри, полімерні фільтрувальні матеріали.

Найпоширенішим матеріалом у лабораторній практиці є фільтрувальний папір.

Паперові фільтри поділяються на три основні типи залежно від швидкості фільтрування та розміру пор:

- швидкофільтруючі (біла стрічка);
- середньофільтруючі (червона стрічка);
- повільнофільтруючі (синя стрічка).

Для фільтрування агресивних середовищ, концентрованих кислот і лугів використовуються скляні або порцелянові фільтри, які мають високу хімічну стійкість та можуть багаторазово використовуватися після очищення. Такі скляні фільтри залежно від розміру пор поділяються на шість класів (від 0 до 5), причому чим вищий номер класу, тим менший розмір пор і тим дрібніші частинки можуть бути затримані фільтром.

Залежно від конструкції паперові фільтри поділяються на:

9. *Прості фільтри* – характеризується простотою виготовлення та використовується для більшості звичайних операцій.

10. *Складчасті фільтри* – мають більшу площу поверхні фільтрування, тому забезпечують вищу швидкість проходження рідини.

11. *Беззольні фільтри* – застосовуються під час кількісного аналізу, коли осад надалі підлягає прожарюванню, оскільки після спалювання вони залишають мінімальну кількість золи (не більше 0,01 % від маси фільтра).

У випадках, коли під час охолодження розчину можливе передчасне випадання кристалів речовини на поверхні фільтра, використовують *гаряче фільтрування*, у процесі якого лійку та посудину попередньо нагрівають.

Для прискорення процесу широко використовують *вакуумне фільтрування*, принцип якого ґрунтується на створенні зниженого тиску під фільтром, що збільшує швидкість проходження рідини через пористу перегородку. З цією метою використовують колбу Бунзена, лійку Бюхнера та водоструминний або вакуумний насос.

Техніка виготовлення простого та складчастого фільтрів.

Для виготовлення простого фільтру (Рис. 1 А) квадратний шматок фільтрувального паперу певного розміру (залежно від величини осаду і розміру воронки) складають в чотири рази та обрізають за формою воронки.

Складчастий фільтр (Рис. 1 Б) краще простого в тому відношенні, що фільтрація з ним йде швидше, оскільки фільтрувальна поверхня складчастого фільтру удвічі більша, ніж у простого фільтру. Для виготовлення складчастого фільтру квадратний листок фільтрувального паперу потрібного розміру складають спочатку навпіл, а потім вчетверо і обрізають ножицями, як при приготуванні простого фільтру. Далі фільтр розгортають і праву чверть його згинають навпіл всередину, відгортаючи верхню восьмушку і знову складаючи її навпіл всередину. Потім отриману шістнадцяту частку фільтру знову складають навпіл назовні, після чого за розміром отриманої часточки (1/2 фільтру) складають гармошкою весь фільтр, розгортають його і вкладають у лійку. Необхідно прагнути, щоб складки фільтру не підходили впритул до його центру; інакше фільтрувальний папір в центрі фільтру проривається.

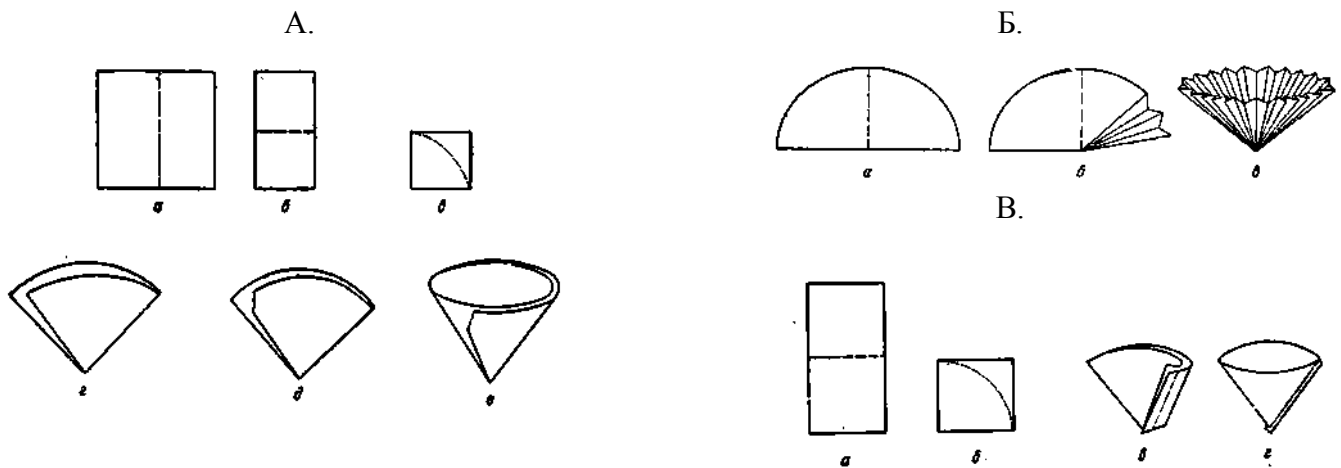


Рис 1. Послідовність виготовлення простого (А), складчастого (Б) та економного (В) фільтрів

Техніка фільтрування (алгоритм):

1. Підберіть необхідний фільтрувальний матеріал відповідно до мети дослідження та властивостей суміші.
2. Виготовіть простий або складчастий фільтр з фільтрувального паперу.
3. Вкладіть фільтр у лійку так, щоб його верхній край був не нижче ніж на 0,5–1 см від позначки.
4. Змочіть вкладений фільтр дистильованою водою і притисніть його пальцем до скла.
5. Закріпіть лійку на кільці штативу так, щоб кінець лійки торкався стінки посудини.
6. Злийте рідину по скляній паличці, притиснувши до стінок лійки, щоб рідина не розбризувалась.
7. Тримайте паличку лівою рукою вертикально над лійкою так, щоб нижній кінець палички був близько до фільтрату (паличка не повинна торкатися фільтра, щоб не порвати його).

Фільтрування під вакуумом (алгоритм):

1. Зберіть прилад, який складається з водоструминного насоса, запобіжної склянки, колби Бунзена і лійки Бюхнера або тиглі для фільтрування (тиглі Шота або тиглі Гуча).
2. Увімкніть водоструминний насос.
3. Додайте з промивалки небагато дистильованої води на фільтр і притисніть краї фільтра до дна лійки.
4. Стежте за тим, щоб осад не переповнював лійку.
5. Фільтрат, який збирається в колбі Бунзена, не повинен доходити до відростка, який сполучає колбу із запобіжною склянкою.
6. Якщо фільтрату назбиралося багато, фільтрування припиніть, спорожніть колбу Бунзена і тільки після цього відновіть роботу.
7. Від'єднайте колбу Бунзена від запобіжної склянки.
8. Вимкніть водоструминний насос.
9. Вийміть лійку з колби, поверніть її над фільтрувальним папером (або яким-небудь підготовленим посудом).
10. Постукайте по стінках лійки так, щоб з неї випав осад.

Центрифугування

Також важливим методом розділення неоднорідних систем є *центрифугування*, яке широко використовується для виділення клітин, органел, білків, нуклеїнових кислот, очищення біологічних рідин, концентрування осадів та підготовки зразків до подальших досліджень.

Центрифугування – це процес розділення суспензій, емульсій або колоїдних систем під дією відцентрової сили, яка виникає під час швидкого обертання ротора центрифуги. У

результаті дії відцентрового прискорення частинки переміщуються від осі обертання до периферії ротора та осідають на дні пробірки. При цьому, швидкість осадження частинок залежить від їхнього розміру, густини, різниці густин дисперсної фази та середовища, в'язкості рідини, швидкості обертання ротора та радіуса обертання.

Результатом процесу є утворення ущільненого осаду на дні пробірки та надосадної рідини (центрифугату, супернатанту).

У лабораторній практиці застосовують осаджувальне (для відокремлення твердих частинок від рідини), диференційне (для послідовного розділення частинок різних розмірів), зональне (для розділення частинок за швидкістю седиментації) та ізопікнічне (градієнтне) (для розділення за густиною у градієнті густини) центрифугування.

За конструкцією та функціональним призначенням центрифуги поділяються на:

- лабораторні центрифуги;
- клінічні центрифуги;
- високошвидкісні центрифуги;
- ультрацентрифуги.

Центрифугування (алгоритм):

1. Розмістіть центрифугу на рівному стійкому важкому столі.
2. Помістіть центрифужні пробірки з однаковими масами речовин попарно одна навпроти другої.
3. Якщо кількість пробірок непарна, то поставте одну пробірку з дистильованою водою.
4. Закрийте кришку центрифуги спеціальними затискачами.
5. Увімкніть центрифугу на заданий режим роботи.
6. Вимкніть центрифугу, зачекайте, поки вона не перестане обертатися.
7. Відкрийте кришку центрифуги після повної зупинки ротора.
8. Вийміть пробірки, відділіть центрифугат від осаду.
9. Не допускається експлуатація центрифуги при появі стороннього шуму або вібрації.
10. Після завершення роботи камеру очищують від залишків досліджуваного матеріалу.

ІНСТРУКЦІЇ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Завдання 1. Фільтрування розчину NaCl через простий та складчастий фільтр.

Хід роботи:

1. Приготуйте паперовий фільтр (простий і складчастий), враховуючи діаметр лійки і вимоги до нього.
2. Складіть прилад для фільтрування та профільтруйте суспензію хлориду натрію, приготовлений із реактиву кваліфікації «технічний», що містить механічні домішки через простий і складчастий фільтр.
3. Порівняйте ефективність простого і складчастого фільтрів. Запишіть спостереження та зробіть висновок.

Результати роботи:

| <i>Показник</i> | <i>Простий фільтр</i> | <i>Складчастий фільтр</i> |
|------------------------------|-----------------------|---------------------------|
| Швидкість фільтрування | | |
| Прозорість фільтрату | | |
| Наявність механічних домішок | | |
| Особливості роботи | | |

Висновки:

Завдання № 2. Відокремлення осаду білка методом центрифугування.

Реактиви та обладнання: 1% розчину яєчного білка, 3 % ТХО, центрифуга.

Хід роботи:

В центрифужну пробірку додайте 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 центрифугі 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 роботи:

| <i>Ознака</i> | <i>Результат</i> |
|---|------------------|
| Наявність осаду до центрифугування | |
| Колір та прозорість супернатанту | |
| Наявність ущільненого осаду після центрифугування | |

Висновки:

Завдання № 3. Розподіл розчину білка методом фільтрування

Реактиви та обладнання: 1% розчину яєчного білка, 3 % ТХО, фільтрувальний папір.

Хід роботи:

В пробірку додають 1 мл 1 % розчину яєчного білка та 1 мл 3 % ТХО. Після випадання осаду вміст пробірки фільтрують. На фільтрі залишиться осад, а в чисту пробірку збирають фільтрат. Якщо фільтрат залишиться непрозорим, його знову фільтрують крізь паперовий фільтр.

Результати роботи:

| <i>Ознака</i> | <i>Результат</i> |
|--------------------------------------|------------------|
| Наявність осаду до фільтрування | |
| Наявність осаду на фільтрі | |
| Прозорість фільтрату | |
| Необхідність повторного фільтрування | |

Висновки:

Завдання № 4. Порівняння методів розділення

Хід роботи:

На основі отриманих у реакціях 2 та 3 даних порівняйте методи розділення. Сформулюйте висновок.

| <i>Показник</i> | <i>Фільтрування</i> | <i>Центрифугування</i> |
|--------------------------------------|---------------------|------------------------|
| Швидкість процесу | | |
| Повнота відділення осаду | | |
| Необхідність спеціального обладнання | | |
| Зручність роботи | | |

Висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 13-14

Тема: Способи вираження складу речовин у розчинах. Розрахунки під час приготування розчинів. Розв'язування задач з різних способів виразу складу речовин у розчинах.

Мета: розглянути основні характеристики розчинів та способи вираження їх концентрації, набути практичних навичок виконання розрахунків під час приготування розчинів заданого складу.

Теоретичні питання:

1. Загальні поняття про розчини. Класифікація розчинів.
2. Способи вираження складу розчину.
3. Розрахунки під час приготування розчинів.

Питання та завдання для самопідготовки:

1. Заповніть таблицю: «Класифікація розчинів».

| <i>Ознака, що лежить в основі класифікації</i> | <i>Типи розчинів</i> |
|--|----------------------|
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |

2. Наведіть загальноприйнятні назви розчинів різної молярної та нормальної концентрації.

3. Розрахуйте кількість нітрату натрію, який потрібно розчинити у 800 г води, для приготування 20% розчину.

4. Заповніть таблицю: «Вираження концентрації розчинів».

| Спосіб вираження концентрації | Позначення | Формула | Одиниці вимірювання |
|-------------------------------|------------|---------|---------------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

Контрольні запитання

1. Як поділяють розчини за агрегатним станом?
2. Яке значення мають розчини в житті людей?
3. Які ви знаєте способи вираження складу розчинів?
4. Чому дорівнює еквівалентна маса елемента?
5. Чому дорівнює еквівалентна маса оксиду?
6. Чому дорівнює еквівалентна маса кислоти?
7. Як визначається основність кислоти?
8. Чому дорівнює еквівалентна маса основи?
9. Чому дорівнює еквівалентна маса солі?
10. Які речовини вважають добре розчинними, малорозчинними, практично нерозчинними?

11. Як впливають температура і тиск на розчинність твердих, рідких та газоподібних речовин?
12. Що таке титр?
13. Що таке молярна концентрація та в яких одиницях її виражають?
14. У чому полягає правило хреста і для чого його застосовують?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ

Розчин – це гомогенна багатокомпонентна система, що складається з розчинника, розчинених речовин та продуктів їхньої взаємодії. Співвідношення між компонентами розчину може змінюватися в широких межах без порушення його однорідності, завдяки чому розчини є однією з найпоширеніших форм існування речовин у природі та широко використовуються в хімічних, біологічних, екологічних, медичних і технологічних дослідженнях.

Розчинник – це компонент розчину, який визначає його агрегатний стан або міститься у найбільшій кількості. У середовищі розчинника частинки розчиненої речовини рівномірно розподіляються у вигляді молекул, атомів, іонів або інших структурних одиниць. Найпоширенішим розчинником є вода, проте в лабораторній практиці широко застосовують також спирти, ацетон, бензен, хлороформ, гліцерин та інші органічні сполуки.

Розчинена речовина – це компонент розчину, частинки якого рівномірно розподілені в об'ємі розчинника. Якщо до утворення розчину обидва компоненти перебували в одному агрегатному стані, розчинником прийнято вважати той компонент, який міститься у більшій кількості. За розчинністю у воді речовини умовно поділяють на: добре розчинні (понад 1 г на 100 г води), малорозчинні (від 0,01 до 1 г на 100 г води), практично нерозчинні (менше 0,01 г на 100 г води).

Процес рівномірного розподілу частинок речовини в об'ємі розчинника називають *розчиненням*. Цей процес супроводжується фізичними та фізико-хімічними процесами, зокрема руйнуванням міжмолекулярних взаємодій у вихідних речовинах, утворенням нових зв'язків між частинками розчиненої речовини і розчинника та формуванням сольватних або гідратних оболонок.

Стан будь-якого розчину визначається низкою параметрів, серед яких найважливішими є температура, тиск, концентрація та густина, які значною мірою впливають на фізико-хімічні властивості розчину, швидкість перебігу хімічних реакцій та розчинність речовин.

Однією з основних характеристик розчину є *концентрація*, яка відображає вміст розчиненої речовини в певній масі або об'ємі розчину чи розчинника. Концентрація може виражатися різними способами залежно від поставлених аналітичних або практичних завдань.

Максимальну кількість речовини, що може розчинитися в певній кількості розчинника за визначених умов, характеризують величиною *розчинності* (S). Розчинність залежить від природи речовини, температури, тиску та властивостей розчинника і зазвичай виражається в г/дм³ або моль/дм³.

Під час приготування розчинів широко застосовують правило «*подібне розчиняється в подібному*», згідно з яким, речовини з полярним або йонним типом зв'язку краще розчиняються у полярних розчинниках, тоді як неполярні речовини краще розчиняються в неполярних середовищах. Наприклад, натрій хлорид, хлоридна кислота та інші полярні

сполуки добре розчиняються у воді, спиртах або рідкому амоніаку, тоді як бензен, жири та багато органічних речовин ефективніше розчиняються в неполярних органічних розчинниках.

За природою розчинника розчини поділяють на *водні* (розчинник – вода) та *неводні* (розчинник – органічні речовини, зокрема спирти, етери, бензен, хлороформ, ацетон, гліцерин та інші органічні сполуки).

За ступенем насичення розчини поділяються на:

1. *Ненасичені розчини* – розчини, у яких речовина, яку розчиняють, за даної температури ще може розчинитися.

2. *Насичені розчини* – розчини, у яких речовина, яку розчиняють, за даної температури максимально розчинена.

3. *Пересичені розчини* – розчини, які містять значно більшу масу розчиненої речовини, ніж її може розчинитися до утворення насиченого при певній температурі розчину. Такі системи є термодинамічно нестійкими і при струшуванні або внесенні кристала-зародка швидко кристалізуються.

За вмістом розчиненої речовини розчини умовно поділяють на *розбавлені* (містять відносно невелику кількість розчиненої речовини порівняно з кількістю розчинника) та *концентровані* (характеризуються високим вмістом розчиненої речовини, який наближається до межі її розчинності). Межа між розбавленими і концентрованими розчинами є умовною та залежить від конкретної речовини і мети використання розчину.

За агрегатним станом розчини поділяють на: *газоподібні, рідкі, тверді*, а за розміром частинок виділяють *істинні розчини* (розмір частинок менше 1 нм), *колоїдні розчини* (1–100 нм) та *грубодисперсні системи* (понад 100 нм), до яких належать суспензії та емульсії.

Способи вираження складу розчинів

Кількісний склад розчину може бути виражений за допомогою часток або концентрацій. Вибір способу залежить від мети дослідження, необхідної точності розрахунків та особливостей практичного застосування розчину.

Частка – відношення однотипних величин, наприклад маси розчиненої речовини до маси розчину або об'єму розчиненої речовини до об'єму розчину.

Концентрація – характеризує вміст розчиненої речовини в певній масі або об'ємі розчину чи розчинника. На відміну від частки, концентрація є відношенням різнотипних величин і дозволяє більш точно оцінити кількісний склад системи.

За точністю вираження складу розчини умовно поділяють на *приблизні* та *точні*.

До *приблизних* належать розчини, концентрацію яких виражають у відсотках, а для аналітичних та наукових досліджень використовують точні способи вираження концентрації: молярність, молярність, нормальність та титр.

Одним із найпоширеніших способів вираження складу розчинів є *масова частка розчиненої речовини*, яка показує, яку частину від загальної маси розчину становить розчинена речовина, та позначається символом ω . Масову частку позначають літерою ω і виражають у частках одиниці або у %. Розраховують за формулами, де: $m_{\text{реч}}$ – маса розчиненої речовини, г; $m_{\text{роз}}$ – маса розчину, г.

$$\omega = \frac{m_{\text{реч}}}{m_{\text{р-ну}}}; \quad \omega = \frac{m_{\text{реч}}}{m_{\text{р-ну}}} \cdot 100 \% ; \quad m_{\text{р-ну}} = m_{\text{реч}} + m_{\text{р-ка}}.$$

Масову частку змішаних розчинів різної концентрації визначають за формулою:

$$\omega_3 = \frac{\omega_1 m_{1\text{р-ну}} + \omega_2 m_{2\text{р-ну}}}{m_{1\text{р-ну}} + m_{2\text{р-ну}}}.$$

Масова частка, виражена у відсотках, показує кількість грамів розчиненої речовини у 100 г розчину. Наприклад, 10 % розчин натрій хлориду містить 10 г солі у 100 г розчину. Розраховується за формулою:

$$\omega = (m_1/m) \cdot 100 \% , \text{ де:}$$

m_1 – кількість розчиненої речовини, г;

m – кількість розчинника в г (у сумі складають 100 г).

Поряд із масовою часткою широко використовують:

➤ *масо-об'ємну концентрацію*, (г%) – відношення кількості розчиненої речовини в грамах до 100 мл розчину. Розмірність цього виду відсоткової концентрації – г/мл (маса/об'єм). Наприклад, 10 % розчин натрій хлориду містить 10 г солі в 100 мл розчину.

➤ *об'ємну відсоткову концентрацію* (об%, чи ° – градус) – відношення кількості (мл) розчиненої речовини до 100 мл розчину. Розмірність цього виду процентної концентрації – мл/мл (об'єм/об'єм). Наприклад, 5 об % (5°) розчин етилового спирту містить 5 мл абсолютного (безводного) спирту і 95 мл води.

➤ *об'ємно-масову (об'ємно-вагова) процентну концентрацію* – показує кількість мл речовини, що міститься в 100 г розчину.

Приготування розчинів із кристалогідратів

У лабораторній практиці застосовують два підходи до таких розрахунків.

Точний спосіб – передбачає визначення маси кристалогідрату, яка містить необхідну кількість безводної речовини. Саме цей спосіб використовують під час приготування розчинів із точно заданою концентрацією. За цим способом заздалегідь розраховують масову (вагову) кількість кристалогідрату, в якому міститься задана кількість речовини.

Для прикладу, потрібно, приготувати 5 % розчин CuSO_4 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.

Шляхом складання та розв'язання пропорції знаходять необхідну наважку кристалогідрату (X):

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

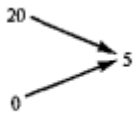
X г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ – 5 г

Умовний спосіб – ґрунтується на використанні маси самого кристалогідрату без перерахунку на безводну речовину. Такий підхід є простішим, однак не забезпечує високої точності результату.

Для швидкого приготування розчинів необхідної концентрації шляхом розбавлення концентрованих розчинів широко використовують *правило хреста*. Цей метод дозволяє визначити співвідношення компонентів, які необхідно змішати для одержання розчину заданої концентрації.

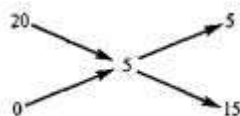
Для прикладу, необхідно розбавити 20 % розчин до 5 %.

Складають перший запис:



де 20 – показник концентрації взятого розчину; 5 – показник необхідної концентрації; 0 – вода.

Від 20 віднімають 5 і отримане значення записують в правому нижньому кутку. Від 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».

Для приготування розчинів точної концентрації використовують речовини кваліфікації «хімічно чистий» (х. ч.), склад яких максимально відповідає хімічній формулі. Такі речовини повинні бути достатньо чистими, хімічно стійкими, негігроскопічними, не взаємодіяти з компонентами повітря та зберігати сталий склад під час зберігання. Для отримання точних розчинів застосовують також фіксанали, аналітичні ваги та калібрований мірний посуд.

На практиці концентрація приготованого розчину може дещо відрізнятись від розрахованої через наявність домішок у реактиві, похибки зважування або вимірювання об'єму. Тому розчини точної концентрації, як правило, піддають стандартизації шляхом титрування. За результатами титрування визначають фактичну концентрацію розчину та, за необхідності, розраховують коефіцієнт поправки.

Для кількісної характеристики складу розчинів використовують низку фізико-хімічних величин.

Основною одиницею кількості речовини в Міжнародній системі одиниць (SI) є моль.

Моль – це кількість речовини системи, що містить стільки молекул, атомів, іонів, електронів або інших структурних одиниць, скільки міститься атомів в 0,012 кг ізотопу вуглецю ^{12}C ($6,022 \cdot 10^{23}$ моль $^{-1}$). Це число називають сталою Авогадро.

Молярна маса – маса речовини, яка міститься в 1 моль простої або складної речовини. Ця величина виражається в г/моль та чисельно відповідає відносній молекулярній масі.

Під час виконання аналітичних розрахунків широко використовують поняття еквівалента речовини. *Еквівалент речовини* – кількість речовини, яка у реакції рівноцінна (еквівалентна) 1 моль атомів Гідрогену (1,0079 г). Маса 1 еквівалента називається *еквівалентною масою*.

Молярна концентрація (молярність) (C_m) – кількість моль розчиненої речовини, що міститься в 1 дм 3 розчину (моль/дм 3). Визначається як відношення кількості речовини до одиниці об'єму розчину.

$$c = \frac{n}{V}, \text{ оскільки } n = \frac{m}{M}, \text{ то } c = \frac{m}{V \cdot M}$$

де n – кількість речовини (моль);

V – об'єм розчину (дм 3);

M – молярна маса розчиненої речовини (г/моль).

Загальноприйняті назви концентрації:

$C = 1$ моль/дм 3 – 1М – одномолярний розчин;

$C = 2$ моль/дм 3 – 2М – двомолярний розчин;

$C = 0,1$ моль/дм 3 – 0,1М – децимолярний розчин;

$C = 0,01$ моль/дм 3 – 0,01М – сантимольярний розчин;

$C = 0,001$ моль/дм 3 – 0,001М – мілімолярний розчин.

Молярність (молярна вагова концентрація) m , моль/кг розчинника (m) – число моль речовини, що міститься в 1 кг розчинника.

$$C_m = \frac{m_{\text{розч. реч.}}}{M_{\text{розч. реч.}} \cdot m_{\text{розчинника}}} \cdot 1000$$

На відміну від молярності, молярність не залежить від температурних змін об'єму розчину, тому її часто використовують у фізичній хімії.

Еквівалентна концентрація (нормальність, молярна концентрація еквіваленту, C_n , ($C_{\text{екв}}$) – кількість моль-еквівалентів розчиненої речовини, що міститься в 1 дм 3 розчину (моль-екв/дм 3):

$$C_{\text{екв}} = \frac{m}{V \cdot M_{\text{екв (реч)}}},$$

де $M_{\text{екв}}$ – молярна маса еквівалента розчиненої речовини (г/моль); m – маса розчиненої речовини (г) в 1 дм³ розчину; V – об'єм розчину в дм³

E – еквівалентна маса, яка здатна витіснити чи приєднати одиницю маси Гідрогену або еквівалентну йому масу будь-якої речовини.

$$M_{\text{екв (реч)}} = f_{\text{екв}} \cdot M.$$

Для розрахунку нормальності використовують поняття фактора еквівалентності ($f_{\text{екв}}$), який показує, яка частина молекули або йона бере участь у певній хімічній реакції. Значення фактора еквівалентності залежить від природи речовини та типу реакції.

Фактор еквівалентності ($f_{\text{екв}}$) речовини – число, яке показує, яка частина моля речовини еквівалентна одному молю йонів Гідрогену або одному молю електронів у відповідній реакції.

Еквівалентна маса елемента дорівнює його молярній масі, поділеній на валентність (г/моль-екв).

Еквівалентна маса оксиду дорівнює його молекулярній масі, поділеній на кількість атомів кисню, помножених на 2, або сумі еквівалентних мас кисню та елемента. Наприклад, еквівалентна маса оксиду алюмінію дорівнює:

$$E_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{102}{3 \times 2} = 17 \quad \text{або} \quad E_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 9 + 8 = 17$$

Еквівалентна маса кислоти дорівнює її молекулярній масі, поділеній на основність кислоти в цій реакції, або сумі еквівалентних мас кислотного залишку і водню.

Наприклад, еквівалентна маса сірчаної кислоти дорівнює:

$$E_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{98}{2} = 49 \quad \text{або} \quad E_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 48 + 1 = 49$$

Основність кислоти визначається кількістю атомів гідрогену (водню), які здатні заміщуватись на метал (чи металопоподібну групу атомів) з утворенням солей.

Еквівалентна маса основи дорівнює її молекулярній масі, поділеній на кількість гідроксильних груп, що беруть участь у цій реакції.

Наприклад, еквівалентна маса $\text{Al}(\text{OH})_3$ дорівнює :

$$E_{\text{Al}(\text{OH})_3} = \frac{78}{3} = 26 \quad \text{або} \quad E_{\text{Al}(\text{OH})_3} = 9 + 17 = 26$$

Еквівалентна маса іона дорівнює його молярній масі, поділеній на величину його заряду без урахування знака заряду. Наприклад, еквівалентні маси іона алюмінію і сульфат-іона

$$E_{\text{Al}^{3+}} = \frac{27}{3} = 9 \quad \text{або} \quad E_{\text{SO}_4^{2-}} = \frac{96}{2} = 48$$

дорівнюють:

Еквівалентна маса солі дорівнює її молярній масі, поділеній на добуток кількості атомів металу в молекулі на його валентність у цій солі, або сумі еквівалентних мас катіона та аніона. Наприклад, еквівалентна маса сульфату алюмінію дорівнює:

$$E_{\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3} = \frac{342}{2 \times 3} = 57 \quad \text{або} \quad E_{\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3} = 9 + 48 = 57$$

Для солей, утворених одновалентними катіонами та аніонами, еквівалентна маса чисельно дорівнює молярній масі.

Назви розчинів різної нормальності:

1н. – 1 моль-екв./л – одинормальний розчин;

0,1н. – 0,1 моль-екв./л – децинормальний розчин;

0,02 н. – 0,02 моль-екв./л – двосантинормальний розчин.

Титр (Т) показує, скільки грамів або міліграмів розчиненої речовини міститься в 1 см³ розчину. Його виражають у г/см³ або мг/см³.

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

Наприклад, якщо в 1 дм³ розчину міститься 40 г NaOH, то в 1 см³ міститься 0,04 г NaOH, тому титр дорівнює 0,04 г/см³.

Формули переходу від одного способу вираження концентрації речовини у розчині до іншого:

$$c = \frac{c_{\text{екв}} \cdot M_{\text{екв}}}{M}; \quad c = \frac{\omega \cdot 10 \cdot \rho}{M}; \quad c_{\text{екв}} = \frac{c \cdot M}{M_{\text{екв}}}; \quad c_{\text{екв}} = \frac{\omega \cdot 10 \cdot \rho}{M_{\text{екв}}};$$

$$c_{\text{екв}} = \frac{T \cdot 1000}{M_{\text{екв}}}; \quad T = \frac{c_{\text{екв}} \cdot M_{\text{екв}}}{1000},$$

де ρ – густина розчину (г/см³).

ІНСТРУКЦІЇ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ:

1. Розрахуйте масову частку компонента в розчині, отриманого розчиненням 50 г кухонної солі в 125 г води.

2. Розрахуйте, скільки грамів калій хлориду потрібно додати до 450 г 8% розчину тієї самої солі, щоб одержати 12% розчин?

3. Розрахуйте, який об'єм води необхідно додати до 100 мл 20 % розчину сульфатної кислоти (густина $1,14 \text{ г/см}^3$), щоб одержати 5 % розчин?

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

5. Розрахуйте об'єм концентрованої сульфатної кислоти ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$; $\omega = 96 \%$), необхідний для приготування 2,0 л 0,5 н. розчину H_2SO_4 .

6. У 200 г води розчинили 31 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Обчислити масову частку кристалогідрату та безводної солі у розчині.

7. Обчисліть об'єм розчину хлоридної кислоти (HCl), необхідний для приготування 300 cm^3 0,02 М розчину, використовуючи концентровану HCl ($\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$, $\omega = 37 \%$).

8. Визначте співвідношення об'ємів 40 % та 10 % розчинів натрій хлориду для приготування 20 % розчину. Для розв'язку використайте правило хреста.

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 15-16

Тема: Техніка приготування розчинів заданої концентрації.

Мета: отримати навички приготування розчинів приблизної та точної концентрації.

Теоретичні питання:

1. Способи та техніка приготування розчинів точної концентрації.
2. Техніка приготування розчинів приблизної концентрації.
3. Зберігання розчинів.

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ:

Для приготування більшості лабораторних розчинів як розчинник використовують дистильовану воду. У випадках, коли до чистоти реактивів висуваються підвищені вимоги, застосовують бідистильовану або деіонізовану воду. Для приготування особливо чистих розчинів рекомендується використовувати свіжоперегнану дистильовану воду, яку зберігають у поліетиленовому або фторопластовому посуді для запобігання вторинному забрудненню.

Якість приготовленого розчину значною мірою залежить від чистоти вихідних реагентів, точності вимірювань та правильності виконання лабораторних операцій. Для приготування лабораторних розчинів використовують реактиви кваліфікації «чистий» (ч.), «чистий для аналізу» (ч.д.а.) або «хімічно чистий» (х.ч.) залежно від вимог до точності дослідження, а також чистий лабораторний посуд і відповідний мірний інструментарій.

Під час приготування розчинів необхідно дотримуватися таких загальних правил:

- перед початком роботи виконують розрахунок маси речовини або об'єму рідкого реагенту, необхідного для одержання розчину заданої концентрації;
- при розрахунках для твердих речовин враховують вологість або наявність кристалізаційної води, а для рідких реагентів – густину та фактичну концентрацію;
- сухі речовини за необхідності подрібнюють у фарфоровій ступці, що прискорює процес їх розчинення;
- зважування виконують на технохімічних або аналітичних терезах залежно від необхідної точності;
- рідкі реагенти відмірюють за допомогою мірних циліндрів, піпеток, бюреток або мірних колб;
- розчинення речовин проводять у хімічних стаканах, колбах або інших відповідних ємностях, додаючи спочатку лише частину необхідного об'єму розчинника;
- після повного розчинення речовини та охолодження розчину (за потреби) об'єм доводять до заданого значення;
- під час роботи з концентрованими кислотами та лугами необхідно суворо дотримуватися правил безпеки: кислоту завжди вливають у воду невеликими порціями при постійному перемішуванні, а не навпаки.

Способи приготування розчинів

У лабораторній практиці вибір способу приготування розчину залежить від необхідної точності, фізико-хімічних властивостей розчиненої речовини та поставленої мети дослідження. Для одержання розчинів використовують ваговий, вагово-об'ємний, об'ємний способи та приготування розчинів із фіксаналів.

I. Ваговий спосіб полягає у зважуванні необхідної кількості речовини та розчиненні її в певній масі розчинника. Цей метод характеризується достатньою точністю та використовується у випадках, коли об'єм розчину не має принципового значення.

II. Вагово-об'ємний спосіб – передбачає точне зважування розчиненої речовини з подальшим доведенням об'єму розчину до необхідного значення у мірному посуді. Цей спосіб широко застосовують для приготування розчинів заданої молярної або нормальної концентрації. Після повного розчинення наважки розчин переносять у мірну колбу та доливають розчинник до мітки.

III. Об'ємний спосіб – використовують для приготування розчинів шляхом розбавлення більш концентрованих розчинів. Необхідний об'єм вихідного розчину

розраховують за відповідними формулами або за правилом розведення. Цей метод є швидким і зручним, особливо під час роботи з концентрованими кислотами, лугами та іншими реагентами.

IV. Приготування розчинів із фіксаналів – забезпечує високу точність концентрації. *Фіксанал* – це герметично запаена ампула або пакет із точно відміряною кількістю речовини, достатньою для приготування певного об'єму розчину заданої концентрації. Вміст фіксаналу кількісно переносять у мірну колбу та доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою.

Формули обчислень маси речовини для приготування розчину ваговим, вагово-об'ємним способами:

$$m_{\text{реч}} = \frac{\omega \cdot m_{\text{р-ну}}}{100 \%}; \quad m = \frac{c \cdot M \cdot V}{1000}; \quad m = \frac{c_{\text{екв}} \cdot M_{\text{екв}} \cdot V}{1000}; \quad m = T \cdot V.$$

Формули обчислень об'єму концентрованого розчину для приготування розчину об'ємним способом:

$$V_{\text{конц. р-ну}} = \frac{m_{\text{розб. р-ну}} \cdot \omega_{\text{розб. р-ну}}}{\rho_{\text{конц. р-ну}} \cdot \omega_{\text{конц. р-ну}}},$$

$$V_{\text{конц. р-ну}} = \frac{c \cdot M \cdot V}{\rho_{\text{конц. р-ну}} \cdot 10 \cdot \omega_{\text{конц. р-ну}}}$$

$$V_{\text{конц. р-ну}} = \frac{c_{\text{екв}} \cdot M_{\text{екв}} \cdot V}{\rho_{\text{конц. р-ну}} \cdot 10 \cdot \omega_{\text{конц. р-ну}}},$$

$$V_{\text{конц. р-ну}} = \frac{c_{\text{розб. р-ну}} \cdot V_{\text{розб. р-ну}}}{c_{\text{конц. р-ну}}}$$

Техніка приготування розчину солі за приблизною наважкою

1. Розрахувати необхідну масу солі (m , г).
2. Визначити потрібний об'єм розчинника (V , см³).
3. Відважити розраховану кількість солі на технохімічних або електронних терезах.
4. Відміряти необхідний об'єм води (розчинника) за допомогою мірного циліндра.
5. Перенести сіль у хімічну склянку, додати невелику кількість води та перемішувати до повного розчинення. Після цього долити решту відміряного розчинника й ретельно перемішати розчин до однорідності.
6. Готовий розчин перелити у відповідний посуд для зберігання реагтивів (штанглас, флакон або бутель).

Техніка приготування розчинів за точно взятою наважкою

1. Ретельно вимити мірну колбу.
2. Кілька разів промити її водопровідною водою, а потім 3–4 рази дистильованою водою.
3. На аналітичних терезах зважити розраховану наважку речовини на годинниковому склі або в бюксі.
4. Обережно перенести речовину в мірну колбу через суху лійку.
5. Змити залишки речовини з годинникового скла або бюкса дистильованою водою за допомогою промивалки.
6. Промити внутрішні стінки лійки та зовнішню поверхню її трубки.
7. Під час промивання стежити, щоб загальний об'єм води не перевищував половини місткості колби.
8. Закрити колбу пробкою та обережними обертальними рухами перемішати вміст до повного розчинення речовини.

9. Долити дистильовану воду приблизно на 1 см нижче від мітки. Розташувати колбу так, щоб мітка була на рівні очей, по краплинах довести рівень рідини до позначки, суміщаючи нижній край меніска з рисою.

10. Щільно закрити колбу пробкою та перемішати розчин, перевертаючи колбу 12–15 разів.

Техніка приготування розчинів кислот, лугів і солей із фіксаналу

1. Встановити лійку в чисту мірну колбу. Якщо фіксанал містить суху речовину, лійка також має бути сухою.

2. Відкрити ампулу відповідно до інструкції виробника та кількісно перенести її вміст у колбу.

3. Багаторазово промити внутрішні стінки ампули невеликими порціями дистильованої води, змиваючи залишки речовини в колбу.

4. Промити ампулу зовні та утилізувати її.

5. Промити лійку і бойок дистильованою водою.

6. Підняти лійку та обмити зовнішню поверхню її трубки.

7. Промити верхню частину шийки мірної колби.

8. Під час виконання операцій стежити, щоб об'єм рідини в колбі не перевищував двох третин її місткості.

9. Обережно перемішати вміст колби обертальними рухами.

10. Довести об'єм розчину до мітки дистильованою водою, орієнтуючись на нижній край меніска.

11. Щільно закрити колбу пробкою та перемішати її вміст 12–15 разів.

Техніка приготування розчинів лугів

Увага! Луги є їдкими речовинами та можуть спричинити хімічні опіки.

Через високу гігроскопічність і здатність поглинати вуглекислий газ з повітря тверді луги не використовують для безпосереднього приготування первинних стандартних розчинів. Отримані розчини обов'язково підлягають стандартизації. Розчинення лугів проводять у порцеляновому посуді, оскільки процес супроводжується значним виділенням тепла, що може призвести до руйнування скляного посуду.

Алгоритм приготування розчину лугу:

1. Розрахувати масу лугу з урахуванням приблизно 3 % домішок.

2. Визначити необхідний об'єм води.

3. Відважити розраховану кількість лугу на технохімічних або електронних терезах.

4. Відміряти потрібний об'єм води мірним циліндром.

5. Перенести луг у порцелянову чашку (або кварту), додати невелику кількість води та перемішувати до повного розчинення.

6. Після охолодження й відстоювання профільтрувати розчин в інший посуд, додати решту відміряної води та ретельно перемішати.

7. Перелити готовий розчин у посудину з гумовим корком.

Техніка приготування точного розчину кислоти з концентрованого розчину

1. Визначити густину концентрованої кислоти за допомогою ареометра.

2. За довідковими таблицями встановити її концентрацію.

3. Виконати необхідні розрахунки.

4. Двічі промити суху бюретку зі скляним краном концентрованою кислотою та заповнити її.

5. Налити в мірну колбу приблизно половину необхідного об'єму дистильованої води.

6. Відміряти бюреткою розрахований об'єм концентрованої кислоти та обережно внести його в колбу з точністю до 0,01 см³.

7. Ретельно перемішати розчин.

8. Дати розчину охолонути до кімнатної температури.

9. Довести об'єм розчину дистильованою водою до мітки та перемішати.

ІНСТРУКЦІЇ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Перед виконанням кожного завдання студент повинен у робочому зошиті:

- ✚ записати вихідні дані;
- ✚ навести формули для розрахунку;
- ✚ виконати необхідні обчислення;
- ✚ записати результати розрахунків;
- ✚ після перевірки правильності розрахунків приступити до практичного приготування розчину.

Приготування розчинів приблизної концентрації.

Завдання №1. Приготуйте 50 г 20 % розчину NaCl

Хід роботи:

1. Зробіть необхідні розрахунки.
2. Перевірте правильність роботи терезів. Відрегулюйте їх, якщо необхідно.
3. Зважте необхідну кількість речовини терезах та перенесіть її в колбу чи стакан для подальшого розчинення.
4. Відміряйте половину необхідної кількості води, розчиніть речовину та додайте решту води.
5. Якщо розчин мутний, то його необхідно профільтрувати через складчастий фільтр у підготовлену ємність. Ємність оформіть етикеткою.

Розрахунки:

Результати роботи та висновки:

Завдання № 2. Приготуйте 100 г розчину CuSO_4 , $\omega=8\%$ із кристалогідрату $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Хід роботи:

1. Зробіть необхідні розрахунки.
2. Приготуйте розчин за вище наведеним алгоритмом.

Розрахунки:

Результати роботи та висновки:

Завдання № 3. Приготуйте 100 г 3 % розчин NaCl із 5 % розчину.

Хід роботи:

1. Зробіть необхідні розрахунки.
2. Приготуйте розчин за вище наведеним алгоритмом.

Розрахунки:

Результати роботи та висновки:

Приготування розчину лугу.

Завдання № 1. Приготуйте 200 мл 10 % розчину NaOH

Хід роботи:

1. Зробіть необхідні розрахунки, враховуючи домішки
2. Наберіть луг для зважування порцеляною ложечкою і зважте його в бюксі, використовуючи технохімічні терези.
3. Наважку лугу помістіть у порцелянову кварту. В цей посуд відміряйте стільки води, перемішуйте скляною паличкою до тих пір, поки речовина не розчиниться.
4. Розчин залишіть стояти, поки він не охолоне та не осядуть домішки.
5. Луг обережно злийте у вимірювальний посуд; туди ж долийте необхідну кількість води.
6. Приготовлений розчин перелийте в підготовлений штанглас та оформіть етикеткою.

Розрахунки:

Результати роботи та висновки:

Завдання № 2. Приготуйте 200 см³ 0,1 М розчину NaOH.

Хід роботи:

1. Зробіть необхідні розрахунки.
2. Наберіть луг для зважування порцеляною ложечкою і зважте його в бюксі, використовуючи технохімічні терези.
3. Наважку лугу помістіть у порцелянову кварту. В цей посуд відміряйте стільки води, щоб розчин був 35–40 %; перемішуйте скляною паличкою до тих пір, поки речовина не розчиниться.
4. Розчин залишіть стояти, поки він не охолоне та не осядуть домішки.

5. Луг обережно злийте у вимірювальний посуд; туди ж долийте необхідну кількість води.
6. Перенесіть приготовлений розчин у посудину для зберігання реактивів (штанглас або флакон) та оформіть етикетку.

Розрахунки:

Результати роботи та висновки:

Приготування розчину кислот

Завдання № 1. Приготуйте 100 мл 8 % розчину нітратної кислоти із 10 та 5 % розчинів цієї ж кислоти.

Хід роботи:

1. Проведіть необхідні розрахунки (за правилом хреста).
2. Відміряйте розрахований об'єм 10 % розчину HNO_3 .
3. Відміряйте розрахований об'єм 5 % розчину HNO_3 .
4. Змішайте розчини та ретельно перемішайте.
5. Перенесіть приготовлений розчин у штанглас та оформіть етикетку.

Розрахунки:

Результати роботи та висновки:

Приготування розчинів точної концентрації

Завдання № 1. Приготуйте 1 дм³ 0,1 М розчину NaOH із фіксаналу.

Хід роботи:

1. Розрахуйте кількість речовини та масу NaOH, що міститься в 1 дм³ 0,1 М розчину.

Розрахунки:

Результати роботи та висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 17

Тема: Титриметричний аналіз. Обчислення у титриметричних визначеннях.

Мета: ознайомитися з основами титриметричного аналізу.

Теоретичні питання:

1. Методи титриметричного аналізу.
2. Способи вираження концентрації розчинів у титриметричному аналізі.
3. Розрахунки у титриметрії.

Питання для самопідготовки:

1. Заповніть таблицю «Класифікація титриметричних методів».

| Метод | Характеристика | Титранти | Речовини, що визначаються |
|-----------------------------------|----------------|----------|---------------------------|
| <i>За типом реакції</i> | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| <i>За робочим розчином методу</i> | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| <i>За способом титрування</i> | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

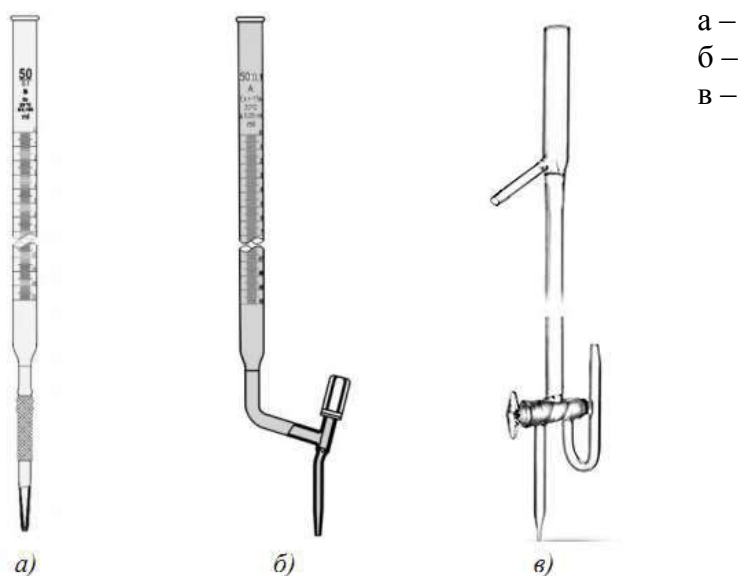
2. Заповніть схему: «Стандартні розчини».

| |
|---------------------------|
| <i>Первинні стандарти</i> |
| |

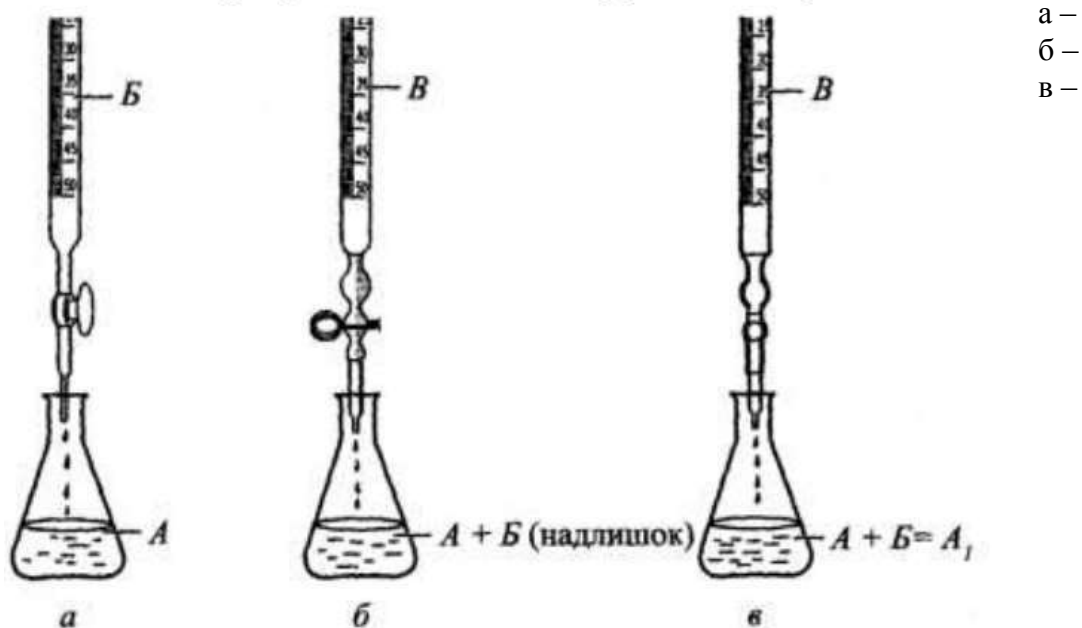
| |
|---------------------------|
| <i>Вторинні стандарти</i> |
| |

3. Виконайте обчислення для титриметричних визначень.
Визначте молярну концентрацію розчину сульфатної кислоти, якщо на нейтралізацію її 10 см^3 витрачено $11,25 \text{ см}^3$ $0,1234 \text{ M}$ розчину NaOH .

4. Зробіть підписи до рисунку: «Типи бюреток».



5. Розгляньте рисунок «Способи титрування та зробіть до нього підписи.



6. Надайте характеристику індикаторам.

| Назва індикатора | Забарвлення індикатора | | Інтервал індикатора, рН | Приготування |
|------------------|------------------------|-------------|-------------------------|--------------|
| | Кисла форма | Лужна форма | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

7. Перерахуйте основні вимоги до реакцій, які використовуються в титриметричному аналізі.

8. Дайте визначення поняттям:

Точка еквівалентності – _____

Кінець титрування – _____

Індикатори – _____

Титрування – _____

Титрант – _____

Стандарти – _____

Вихідні речовини – _____

Первинні стандарти – _____

Робочий розчин – _____

Фіксанал – _____

Бюретка – _____

Контрольні запитання

1. Який посуд використовується для проведення кількісного аналізу?
2. Що таке титр розчину?
3. Як приготувати робочий розчин?
4. Як встановити нормальність робочого розчину?
5. Що є індикаторами методу нейтралізації? Як підібрати індикатор для визначення кінця титрування?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ

Титриметричний аналіз (об'ємний аналіз) – це сукупність методів кількісного аналізу, які ґрунтуються на точному вимірюванні об'єму розчину реагенту відомої концентрації (титранту), який витрачається на взаємодію з речовиною, яка визначається. Даний метод широко застосовується для визначення вмісту кислот, основ, солей, окисників, відновників та інших сполук завдяки його точності, простоті виконання та відносно невисокій вартості.

Обчислення в титриметричному аналізі.

Результати титриметричного аналізу обчислюють за об'ємом титранту, витраченого на титрування, та його точно встановленою концентрацією.

Теоретичною основою титриметричного аналізу є *закон еквівалентів*, згідно з яким речовини взаємодіють між собою в кількостях, пропорційних їхнім еквівалентам. У точці еквівалентності кількість моль-еквівалентів титранту дорівнює кількості моль-еквівалентів визначуваної речовини.

Наприклад, 1 дм³ 1 М розчину НС1, який містить 1 М НС1, взаємодіє з 1 дм³ розчину NaOH, який містить 1 М NaOH і т. д.

Розчини різної молярної концентрації еквівалентів вступають у реакцію в об'ємах, обернено пропорційних їх концентрації. Залежність між об'ємами розчинів, які реагують, і їх концентраціями математично можна записати так:

$$c_{\text{екв1}} \cdot V_1 = c_{\text{екв2}} \cdot V_2,$$

де V_1, V_2 – об'єми розчинів, $c_{\text{екв1}}, c_{\text{екв2}}$ – молярні концентрації еквівалентів речовин.

1. *Обчислення маси речовини, необхідної для приготування первинного стандартного розчину.*

Маса речовини, необхідна для приготування певного об'єму розчину заданої концентрації, обчислюється за формулою:

$$m = \frac{c_{\text{екв}} \cdot M_{\text{екв}} \cdot V_{\text{(вимір. колби)}}}{1000}$$

2. Обчислення концентрації (c, T) речовини приготовленого розчину:

$$c_{\text{екв (факт)}} = \frac{m_{\text{факт}} \cdot 1000}{M_{\text{екв}} \cdot V_{\text{(вимір. колби)}}}; \quad T = \frac{m}{V}$$

3. Обчислення концентрації (c, T) досліджуваного розчину:

а) концентрацію ($c_{\text{екв2}}$) обчислюють за формулою:

$$c_{\text{екв2}} = \frac{c_{\text{екв1}} \cdot V_1}{V_2},$$

де $c_{\text{екв1}}$ – концентрація стандартного розчину, моль-екв/дм³;

V_1 – об'єм стандартного розчину, витраченого для титрування, см³;

V_2 – об'єм досліджуваного розчину, взятий для титрування, см³;

б) титр досліджуваного розчину (T) обчислюють за формулою:

$$T_{\text{д}} = \frac{c_{\text{екв(д)}} \cdot M_{\text{екв(д)}}}{1000}$$

в) титр титранту за досліджуванним розчином ($T_{\text{т/д}}$) показує, яка маса (г) досліджуваної речовини еквівалентна 1 см³ розчину титранту, витраченого на реакцію, обчислюють за формулою:

$$T_{\text{т/д}} = \frac{c_{\text{екв(т)}} \cdot M_{\text{екв(д)}}}{1000}$$

4. Обчислення (%) вмісту речовини:

а) Метод окремих наважок.

1) Точну наважку досліджуваної речовини (г) попередньо розчинити у воді у колбі Ерленмейера і протитрувати титрантом.

2) Аліквоту (точно виміряну частину зразка, яка зберігає властивості основного зразка) відміряти вимірювальною піпеткою ($V, q, \text{см}^3$) у колбу Ерленмейера і протитрувати титрантом.

Формула для визначення (%) вмісту речовини:

$$\omega_{\text{досл}} = \frac{c_{\text{титранту}} \cdot M_{\text{екв (досл)}} \cdot V_{\text{титранту}} \cdot 100 \%}{m_{\text{досл}} \cdot 1000},$$

де m – наважка речовини, взята для аналізу, г (або об'єм – $q, \text{см}^3$); $V_{\text{титранту}}$ – об'єм, витрачений на титрування, см³;

$c_{\text{екв(титранту)}}$ – концентрація робочого розчину, моль-екв/дм³.

б) Метод піпеткування

Точну кількість досліджуваної речовини (г, см³) перенести у вимірювальну колбу, долити водою до позначки, перемішати. Відміряти піпеткою аліквоту у колбу для титрування. Протитрувати не менше 3 разів, обчислити середній об'єм титранту, який затрачено на титрування:

Визначити (%) вміст речовини із формули:

$$\omega_{\text{досл}} = \frac{c_{\text{титранту}} \cdot M_{\text{екв (досл)}} \cdot V_{\text{сер. титранту}} \cdot V_{\text{(вимір. колби)}} \cdot 100 \%}{V_{\text{досл. р-ну}} \cdot m_{\text{досл}} \cdot 1000},$$

де $V_{\text{досл. р-ну}}$ – аліквота взята для аналізу (піпеткою);

$V_{\text{сер. титранту}}$ – об'єм, витрачений на титрування (бюреткою);
 $C_{\text{титранту}}$ – концентрація розчину;
 $M_{\text{екв}}$ (досл) – молярна маса еквівалента досліджуваної речовини;
 $M(q)$ – кількість речовини, взята для аналізу, г (см³).

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 18

Тема: Техніка титрування. Методи титрування при мікрОВизначеннях.

Мета: опанувати методику проведення титрування.

Теоретичні питання:

1. Техніка титрування.
2. Методи титрування при мікрОВизначеннях

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ:

Правила титрування

1. Робоче місце має бути чистим, добре освітленим і забезпеченим необхідним лабораторним посудом, обладнанням та реактивами.

2. Посуд і вимірювальні прилади, що використовуються у титриметричному аналізі, повинні бути ретельно вимиті, відкалібровані та підготовлені до роботи. До початку аналізу їх зберігають у чистому місці, захищеному від забруднення.

3. Бюретку закріплюють у штативі строго вертикально. Для полегшення спостереження за зміною забарвлення розчину під колбу для титрування рекомендується підкласти аркуш білого паперу або білу керамічну плитку.

4. Титрант додають поступово, безперервно перемішуючи вміст колби круговими рухами. Особливу обережність необхідно виявляти поблизу кінцевої точки титрування, оскільки навіть одна надлишкова крапля може призвести до суттєвої похибки результатів.

5. Об'єм рідини в бюретці відлічують за меніском: для безбарвних розчинів – за нижнім краєм, для інтенсивно забарвлених – за верхнім. Під час відліку очі повинні знаходитися на рівні меніска для уникнення паралаксу.

6. Для забезпечення достовірності результатів титрування виконують не менше трьох разів. Розбіжність між паралельними визначеннями не повинна перевищувати 0,1 мл. За результат аналізу приймають середнє арифметичне узгоджених визначень.

Правила приготування титрованих розчинів і визначення їх титрів

Для приготування стандартних розчинів використовують речовини високого ступеня чистоти, склад яких точно відповідає хімічній формулі. Такі речовини повинні бути стійкими під час зберігання, не поглинати вологу та вуглекислий газ з повітря і легко вступати в реакцію з визначуваною речовиною.

Концентрацію робочих розчинів встановлюють шляхом стандартизації за первинними стандартами, використовуючи метод окремих наважок або метод розчинення точної наважки у визначеному об'ємі розчинника.

Титровані розчини зберігають в умовах, що унеможливають випаровування розчинника, поглинання вологи та зміну концентрації під впливом зовнішніх чинників.

Усі вимірювання маси й об'єму повинні виконуватися з узгодженою точністю, що забезпечує правильність і відтворюваність результатів аналізу.

Підготовка бюретки до роботи

1. Перед початком роботи бюретку ретельно промивають водою, після чого двічі або тричі споліскують невеликими порціями титранту для видалення залишків води, які можуть змінити концентрацію робочого розчину.

2. Після заповнення бюретки титрантом перевіряють відсутність повітряних бульбашок у крані та капілярі, встановлюють початковий рівень розчину та записують покази бюретки.

3. Під час титрування кінчик бюретки повинен знаходитися над центром колби.

4. Після завершення титрування необхідно дочекатися повного стікання рідини зі стінок бюретки, а потім виконати кінцевий відлік.

5. Після закінчення роботи титрант зливають, бюретку промивають дистильованою водою та зберігають відповідно до вимог методики.

Кислотно-основне титрування

Кислотно-основне титрування ґрунтується на реакції нейтралізації між кислотою та основою. Для фіксації кінцевої точки титрування використовують кислотно-основні індикатори, забарвлення яких змінюється в певному інтервалі значень рН.

Техніка кислотно-основного титрування

1. Заповнити бюретку 0,1 М розчином NaOH.
2. Встановити рівень рідини на нульовій поділці шкали.
3. У конічну колбу (колбу Ерленмейєра) внести досліджуваний розчин HCl і додати 2 краплі фенолфталеїну.
4. Розташувати колбу під бюреткою так, щоб її кінчик знаходився на оптимальній відстані від поверхні розчину.
5. Для кращого спостереження за зміною забарвлення підкласти під колбу аркуш білого паперу.
6. Відкривати кран бюретки таким чином, щоб титрант надходив спочатку швидше, а поблизу точки еквівалентності – по краплинах.
7. Під час титрування постійно перемішувати вміст колби обертальними рухами.
8. Припинити додавання титранту після появи стійкого забарвлення, характерного для кінцевої точки титрування.
9. Визначити об'єм титранту, витраченого на титрування.
10. Занести результати до лабораторного журналу.
11. Для перевірки відтворюваності результатів виконати паралельне визначення. Якщо різниця між результатами не перевищує 0,1 мл, результати вважаються задовільними.
12. У разі необхідності високої точності провести не менше трьох паралельних титрувань. Обчислити середнє арифметичне отриманих результатів та занести його до журналу.

Правила титрування з бюретки (мікробюретки)

1. Перед роботою бюретку або мікробюретку двічі-тричі промивають невеликими порціями титранту (2–3 см³), ретельно змочуючи всю внутрішню поверхню приладу.
2. Бюретку закріплюють у штативі паралельно його стержню.
3. На основу штатива кладуть білу керамічну пластинку або аркуш білого паперу.
4. Перед титруванням визначають об'єм однієї краплі бюретки. Для цього відраховують 100 крапель, вимірюють їх об'єм і ділять отримане значення на 100. Визначення проводять не менше трьох разів і використовують середнє значення.
5. Кінчик бюретки розташовують над центром колби, не занурюючи його в розчин. Після завершення титрування останню краплю знімають дотиком кінчика бюретки до внутрішньої стінки колби.
6. Титрант додають по краплинах, постійно перемішуючи розчин у колбі круговими рухами.
7. Відлік показів бюретки проводять через 1–2 хв після завершення витікання розчину, щоб рідина повністю стекла зі стінок.
8. Для безбарвних розчинів відлік здійснюють за нижнім краєм меніска, для інтенсивно забарвлених – за верхнім. За потреби об'єм визначають з точністю до 0,02–0,03 мл.
9. Кожне наступне титрування починають від нульової поділки шкали.

10. Для отримання достовірних результатів проводять щонайменше три титрування. Розбіжність між результатами не повинна перевищувати 0,1 мл.

11. Усі отримані результати обов'язково заносять до лабораторного зошита. Після завершення роботи титрант зливають, бюретку промивають дистильованою водою, заповнюють її водою або висушують відповідно до вимог методики та закривають захисним ковпачком.

ІНСТРУКЦІЇ ДО ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Завдання № 1. Визначення кислотності продукції безалкогольної промисловості титриметричним методом.

Реактиви: 0,1 М розчин гідроксиду натрію (NaOH), спиртовий розчин фенолфталеїну.

Обладнання: конічні колби місткістю 250 мл, бюретка, мірні піпетки, мірні циліндри, скляна лійка, водяна баня, електроплитка.

Принцип та механізм реакції. Визначення кислотності ґрунтується на реакції нейтралізації кислот, що містяться в напої, стандартним розчином натрій гідроксиду. Метод належить до кислотно-основного титрування, кінцеву точку якого встановлюють за зміною забарвлення індикатора фенолфталеїну, який у кислому середовищі є безбарвним, а в слабколужному набуває стійкого рожевого забарвлення.

Для газованих напоїв перед титруванням необхідно видалити розчинений діоксид карбону, оскільки він утворює вуглекислу кислоту та може спричинити завищення результатів аналізу. З цією метою пробу кип'ятять у дистильованій воді протягом визначеного часу.

Хід роботи:

1. У три конічні колби місткістю 250 мл внесіть по 100 мл дистильованої води та доведіть її до кипіння.

2. Відберіть мірною піпеткою по 10 мл досліджуваного напою та внесіть у кожен колбу з киплячою водою.

3. Для темнозабарвлених напоїв і напоїв бродіння відбирають по 5 мл зразка та додають до 200 мл киплячої дистильованої води.

4. Колби накрийте скляними лійками та кип'ятіть їхній вміст протягом 5 хв для видалення розчиненого вуглекислого газу.

5. Після закінчення кип'ятіння швидко охолодіть колби під струменем холодної води до кімнатної температури.

6. У дві колби додайте по 3–5 крапель спиртового розчину фенолфталеїну.

7. Титруйте вміст колб 0,1 М розчином NaOH до появи слабо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 30 с.

8. Третю колбу використовуйте як контрольну для порівняння кольору розчину під час титрування.

9. Зафіксуйте об'єм лугу, витрачений на титрування кожної проби, та обчисліть середнє значення.

Примітки.

Для негазованих напоїв використовують холодну дистильовану воду; кип'ятіння не проводять, а для сиропів відбирають по 2 мл зразка, які розводять у 200 мл холодної дистильованої води без подальшого кип'ятіння.

Обробка результатів.

Кислотність напоїв або сиропів (X) у кубічних сантиметрах розчину гідроксиду натрію молярної концентрації 1 моль/дм³, витраченого на титрування 100 см³ напою або сиропу, розраховують за формулою: $X = V \cdot K \cdot 100 / V_1 \cdot 10$, де

V – об'єм розчину гідроксиду натрію молярної концентрації 0,1 моль/л, витрачений на титрування, см³; K – коефіцієнт перерахунку на титр розчину гідроксиду натрію; 100 –

коефіцієнт перерахунку на 100 мл напою або сиропу; V_1 – об'єм напою або сиропу, мл; 10 – коефіцієнт перерахунку гідроксиду натрію молярної концентрації 0,1 моль/дм³.

Результати роботи:

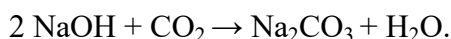
| Досліджуваний напій | Об'єм, взятий для аналізу | Розрахунок | Відповідь |
|---------------------|---------------------------|------------|-----------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |

Висновок:

Завдання №2. Визначення гідроксиду натрію і карбонату натрію в суміші.

Реактиви та обладнання: суміш NaOH + Na₂CO₃, титрований 0,1 М розчин HCl, індикатори фенолфталеїн та метилоранж, колби для титрування, бюретка, мірні піпетки, лійка скляна.

Принцип та механізм реакції. Тверді луги поглинають із повітря вуглекислий газ і водяні пари, перетворюючись на відповідні карбонати. Тому розчини лугів завжди містять домішки карбонатів



В деяких випадках при виконанні хімічного аналізу необхідно знати вміст лугу і карбонату в розчині. Для вирішення цієї задачі можна застосувати кислотно-основне титрування.

Хід роботи:

1. Відважте розраховану наважку досліджуваної суміші та перенесіть її в конічну колбу для титрування.
2. Розчиніть наважку в достатньому об'ємі дистильованої води.
3. Додайте 2–3 краплі фенолфталеїну та відтитруйте розчин 0,1 М розчином хлоридної кислоти до повного знебарвлення індикатора.
4. Зафіксуйте об'єм кислоти, витрачений до цієї точки титрування (V_1).
5. Додайте до розчину 1–2 краплі метилового оранжевого.
6. Продовжуйте титрування до переходу жовтого забарвлення в стійке оранжеве.
7. Зафіксуйте загальний об'єм кислоти, витрачений на титрування (V_2).
8. Виконайте необхідні розрахунки для визначення масових часток натрій гідроксиду та натрій карбонату.

Масові частки гідроксиду натрію і карбонату натрію в суміші визначають за відповідними розрахунковими формулами:

$$\omega(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{C_{\text{H}}(\text{HCl}) \cdot V_3(\text{HCl}) \cdot M_{\text{мол}}(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{m_{\text{н.к.}}} \cdot 100\%$$

$$\omega(\text{NaOH}) = \frac{C_{\text{H}}(\text{HCl}) \cdot V_4(\text{HCl}) \cdot M_{\text{мол}}(\text{NaOH})}{m_{\text{н.к.}}} \cdot 100\%$$

де V_1 – об'єм хлоридної кислоти, витрачений на титрування гідроксиду натрію та $\frac{1}{2}$ Na₂CO₃; V_2 – об'єм кислоти, що витратили на титрування всього NaOH та Na₂CO₃; V_3 – об'єм кислоти, що витратили на титрування Na₂CO₃; V_4 – об'єм кислоти, що витратили на титрування NaOH.

Різниця між V_2 та V_1 дорівнює об'єму кислоти, витраченої на титрування гідрокарбонату, тобто на титрування половини карбонату.

На титрування всього карбонату натрію витрачається $(V_2 - V_1) \cdot 2 = V_3$, а на титрування натрій гідроксиду $V_4 = V_2 - V_3$ см³ кислоти.

Одержані результати роботи внесіть у таблицю:

| m наважки | Об'єм HCl, що витрачено на титрування фенолфталеїном (V ₁ (HCl), мл) | Об'єм HCl, що витрачено на титрування фенолфталеїном та метиловим оранжевим (V ₂ (HCl), мл) | Об'єм HCl, що витрачено на титрування Na ₂ CO ₃ (V ₃ (HCl), мл) V ₃ =2 (V ₂ – V ₁). | Об'єм HCl, що витрачено на титрування NaOH. (V ₄ (HCl), мл) | Масова частка натрію гідроксиду (ω NaOH, %) | Масова частка натрію карбонату (ω Na ₂ CO ₃ , %) |
|--------------|---|--|---|--|--|---|
| | | | | | | |

Якщо аналізують суху суміш, відважують 0,2–0,3 г речовини, розчиняють у 25 мл попередньо прокип'яченої та охолодженої дистильованої води, після чого проводять титрування за наведеною методикою. За отриманими результатами розраховують масові частки натрій гідроксиду та натрій карбонату в досліджуваному зразку.

Висновки:

Завдання № 3. Визначення нікотинової кислоти.

Реактиви та обладнання: нікотинова кислота, фенолфталеїн, вода, 0,1 моль/л розчин натрій гідроксиду, конічна колба, бюретка.

Принцип та механізм реакції. Метод ґрунтується на реакції нейтралізації нікотинової кислоти стандартним розчином натрій гідроксиду. Оскільки нікотинова кислота є одноосновною кислотою, її молекула реагує з одним молем лугу. Кінцеву точку титрування встановлюють за допомогою фенолфталеїну, який у кислому та нейтральному середовищі є безбарвним, а в слабколужному набуває рожевого забарвлення.

Хід роботи:

1. На аналітичних терезах зважте наважку нікотинової кислоти масою близько 0,3000 г.
2. Перенесіть наважку в конічну колбу місткістю 100 мл.
3. Додайте 25 мл свіжопрокип'яченої гарячої дистильованої води та перемішуйте до повного розчинення речовини.
4. Охолодіть розчин до кімнатної температури та додайте 2–3 краплі розчину фенолфталеїну.
5. Заповніть бюретку 0,1 моль/дм³ розчином натрій гідроксиду та встановіть початковий рівень титранту.
6. Титруйте розчин при постійному перемішуванні до появи слабо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1–2 хвилин.
7. Зафіксуйте об'єм розчину натрій гідроксиду, витрачений на титрування.
8. За необхідності виконайте паралельні визначення та обчисліть середній результат.

Вміст нікотинової кислоти розраховують за формулою:

$$\%H.K. = \frac{C \times V \times f \times M_{H.K.}}{10 \times q}, \text{ де:}$$

C – концентрація розчину натрій гідроксиду (моль/л);

f – фактор еквівалентності (1);

M – молекулярна маса нікотинової кислоти.

Результати та висновки роботи:

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 19

Тема: Електрохімічні методи аналізу. Потенціометричний метод визначення рН та вмісту іонів в рідинах.

Мета: ознайомитися з основними електрохімічними методами аналізу, отримати практичні навички визначення рН водних розчинів потенціометричним методом.

Теоретичні питання:

1. Потенціометричний метод аналізу.
2. Вольтамперометричний метод аналізу.
3. Електрогравіметричний аналіз.
4. Кондуктометрія.
5. Кулонометрія.

Питання для самопідготовки

1. Заповніть таблицю «Електрохімічні методи аналізу».

| Метод | Умови вимірювання | Вимірювальний параметр |
|-------------------------------------|-------------------|------------------------|
| Потенціометричний метод аналізу | | |
| Вольтамперометричний метод аналізу | | |
| Електрогравіметричний метод аналізу | | |
| Кондуктометрія | | |
| Кулонометрія | | |

2. Заповніть схему: «Індикаторні електроди для потенціометричного аналізу».

Електронно-обмінні (окисно-відновні) електроди

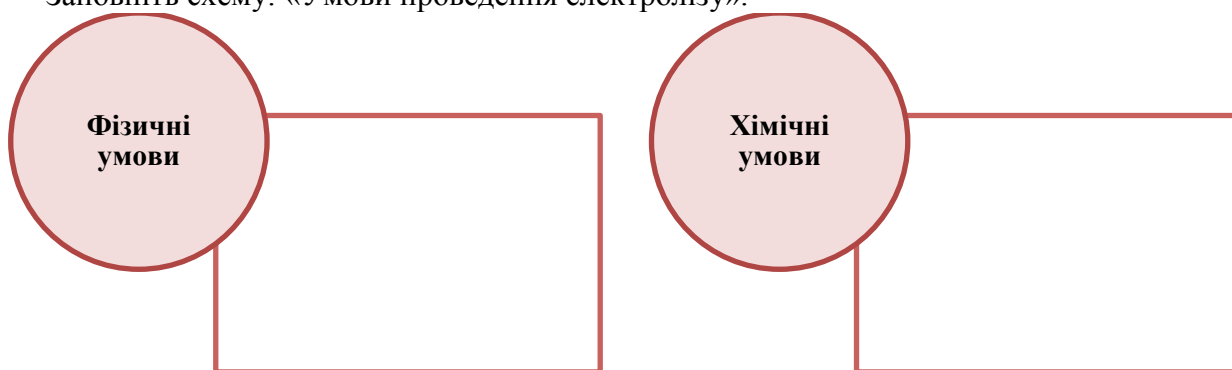
Іонообмінні (іоноселективні) електроди

3. Заповніть таблицю: «Класифікація методів потенціометричного аналізу».

| <i>Вид</i> | <i>Характеристика</i> |
|-----------------------------|-----------------------|
| Пряма потенціометрія | |
| Потенціометричне титрування | |

4. Опишіть перший та другий закони Фарадея.

5. Заповніть схему: «Умови проведення електролізу».



6. Дайте визначення поняттям:

Потенціометрія – _____

Металеві електроди першого роду – _____

Редокс-електроди – _____

Електроди другого роду – _____

Індикаторний електрод – _____

Електрод порівняння – _____

Вольтамперометрія – _____

Поляррографія – _____

Класична поляррографія – _____

Диференційна поляррографія – _____

Електроліз – _____

Потенціал розкладу – _____

Перенапруга – _____

Контрольні запитання:

3. На чому ґрунтується потенціометричний метод аналізу?
4. Який вчений запропонував поляррографію як метод аналізу?
5. Які переваги має ртутний крапельний електрод?
6. Які мікро- та макроелектроди використовуються в класичній поляррографії?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБҐРУНТУВАННЯ

Потенціометрія належить до електрохімічних методів аналізу і ґрунтується на вимірюванні різниці потенціалів між двома електродами, зануреними в досліджуваний розчин. Одним із найпоширеніших застосувань потенціометрії є визначення рН розчинів. Водневий показник (рН) характеризує кислотність або лужність середовища і є важливим показником якості природних вод, харчових продуктів, біологічних рідин та технологічних розчинів.

Для вимірювання рН використовують рН-метри, до складу яких входять індикаторний (скляний) електрод та електрод порівняння. Сучасні прилади забезпечують швидке та достатньо точне визначення рН у широкому діапазоні значень.

Алгоритм вимірювання рН розчинів:

1. Увімкніть прилад для прогрівання за 30 хв до початку роботи.
2. Перевірте прилад за стандартними буферними розчинами. Якщо рН досліджуваних розчинів змінюється в невеликих межах, то достатньо перевірки за одним стандартним розчином.
3. Застосуйте буферний розчин, величина рН якого лежить у тому самому діапазоні вимірювання, що й значення рН досліджуваного розчину.
4. Ретельно промийте електроди дистильованою водою, краплі води витріть фільтрувальним папером.
5. Помістіть електроди в розчин.

6. Налийте досліджуваний розчин у хімічно чисту суху склянку.
7. Опустіть електроди і термометр у досліджуваний розчин.
8. Установіть показчик температурного коректора за температурою досліджуваного розчину.
9. Візьміть відлік величини рН досліджуваного розчину за шкалою приладу (час установлення показів близько 1 хв).
10. Запишіть результати аналізу в робочий журнал.

ІНСТРУКЦІЇ ДЛЯ ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Завдання 1. Визначення рН води потенціометричним методом.

Реактиви та обладнання: дві проби води (водопровідна та дистильована), потенціометр (рН-метр) зі скляним і допоміжним електродами, термометр, хімічний стакан, 2 % розчин хлоридної кислоти (НСІ).

Принцип методу. Потенціометричне визначення рН ґрунтується на вимірюванні різниці потенціалів між індикаторним (скляним) електродом і електродом порівняння. Величина потенціалу залежить від концентрації йонів Гідрогену в розчині, що дає змогу визначати значення рН досліджуваної проби. При вимірюванні рН слід враховувати температуру досліджуваного розчину. Для компенсації температурного впливу сучасні прилади оснащені автоматичною або ручною температурною корекцією, проте за відсутності температурного компенсатора пробу необхідно довести до стандартної температури вимірювання (20° С). Якщо температура зразка відрізняється від стандартної, її обов'язково зазначають у протоколі дослідження.

Перевагою потенціометричного методу є можливість визначення рН у забарвлених і каламутних розчинах, а також у пробах, що містять суспендовані частинки, окисники або залишковий вільний хлор. На точність вимірювань можуть впливати високі концентрації деяких йонів, зокрема натрію, а також значення рН у сильно лужній області. У таких випадках використовують спеціалізовані електроди або застосовують поправки відповідно до інструкції виробника приладу.

Важливою умовою отримання достовірних результатів є належний стан електродів. Поверхня електрода повинна бути чистою та не містити механічних або органічних забруднень. Для регенерації електрод занурюють на 2 год у 2 % розчин хлоридної кислоти, після чого ретельно промивають дистильованою водою. Зберігання електродів здійснюється відповідно до рекомендацій виробника приладу.

Хід роботи:

1. Увімкніть прилад і, за необхідності, виконайте його калібрування за стандартними буферними розчинами.
2. Підготуйте пробу води до аналізу та ретельно перемішайте її для забезпечення однорідності складу.
3. Промийте електроди дистильованою водою, після чого сполосніть їх невеликою кількістю досліджуваної проби.
4. Налийте досліджуваний зразок у чистий хімічний стакан.
5. Занурте електроди та термометр у досліджуваний розчин.
6. За наявності ручної температурної компенсації встановіть на приладі температуру досліджуваного розчину.
7. Дочекайтеся стабілізації показів приладу та визначте значення рН.
8. Запишіть отримані результати в робочий зошит.

Примітка. Якщо прилад має лише шкалу потенціалу (мВ), попередньо виконайте його калібрування за буферними розчинами з відомими значеннями рН. За результатами калібрування будують графік залежності потенціалу від рН і за ним визначають значення рН досліджуваних проб.

Для рН-метрів зі шкалою рН калібрування проводять за стандартними буферними розчинами відповідно до інструкції виробника приладу.

Результати:

| <i>Зразок води</i> | <i>t, °C</i> | <i>pH</i> |
|--------------------|--------------|-----------|
| Дистильована | | |
| Водопровідна | | |

Висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 20**Тема:** Оптичні методи аналізу.**Мета:** засвоїти теоретичні основи оптичних методів аналізу, отримати навички проведення фотометричного визначення.**Теоретичні питання:**

1. Оптичні методи аналізу та їх класифікація.
2. Фотометричний метод аналізу:
 - 2.1 Візуальна колориметрія;
 - 2.2 Фотоелектроколориметрія;
 - 2.3 Спектрофотометрія.
3. Рефрактометричний метод аналізу.
4. Нефелометрія.
5. Турбідиметрія.

Питання для самопідготовки:

1. Встановіть відповідність (позначте стрілками) між областю оптичного діапазону та довжиною хвилі.

Ультрафіолетова (УФ) 760–100000 нм

Видима (В) 100–380 нм

Інфрачервона (ІЧ) 380–760 нм

2. Опишіть об'єднаний закон Бугера–Ламберта-Бера. Запишіть формулу та зобразіть графічно залежність D від C . Вкажіть причини відхилень від закону Бугера–Ламберта-Бера.

3. Заповніть таблицю «Класифікація оптичних методів аналізу за типом взаємодії електромагнітних хвиль з речовиною».

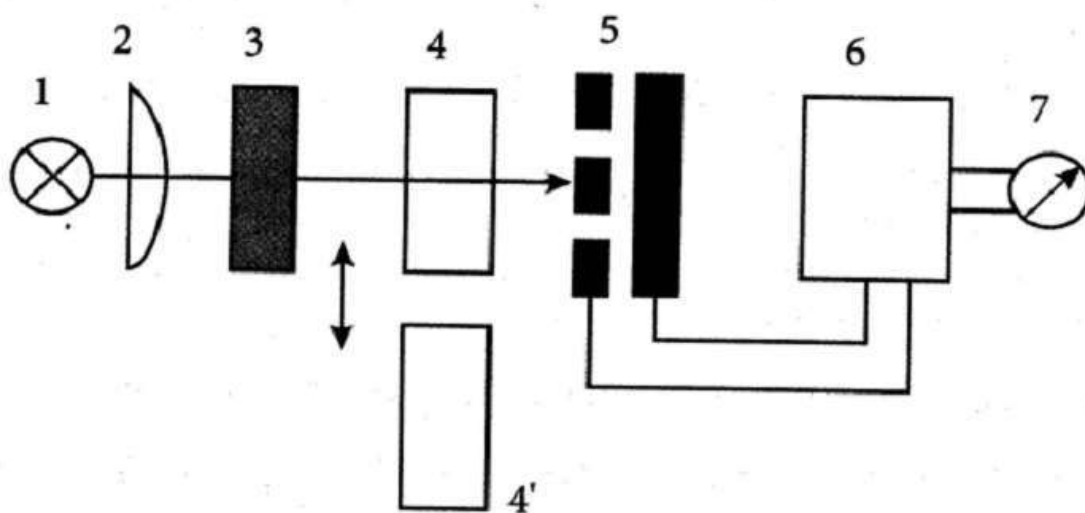
| Група методів | Методи | Характеристика |
|---|---------------|-----------------------|
| <i>Абсорбційні методи</i> | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| <i>Емісійні методи</i> | | |
| | | |
| | | |
| <i>Методи, які засновані на вимірюванні інтенсивності випромінювання, яке розсіяне або поглинуто суспензією речовин</i> | | |
| | | |
| <i>Методи, які засновані на вимірюванні ефектів поляризаційних взаємодій</i> | | |
| | | |
| | | |

4. Розв'яжіть задачу. Оптична густина розчину при деякій довжині хвилі знайдена рівною 0,562. Розрахуйте пропускання цього ж розчину у відсотках.

5. Заповніть схему: «Оптичні методи аналізу».



6. Зробіть підписи до рисунку: «Схема ФЕК з одним фотоелементом».



1 –
2 –
3 –
4 –
4' –

5 –
6 –
7 –

7. Опишіть принципи вибору світлофільтру.

8. Заповніть схему: «Методи визначення концентрації у фотоелектроколориметрії»

Метод порівняння оптичної густини стандартного і досліджуваного розчинів

Метод визначення за середнім значенням молярного або питомого коефіцієнта поглинання

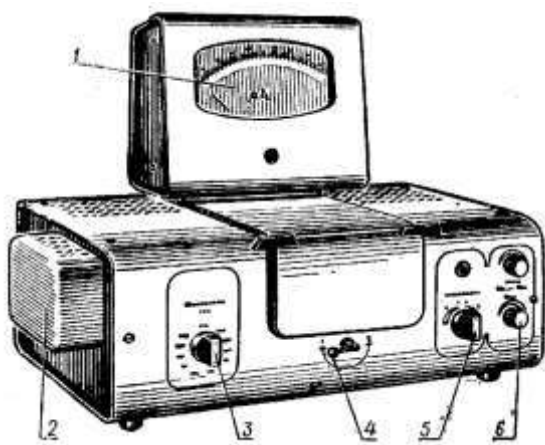
Метод градуювального графіка

Метод добавок

Метод фотометричного титрування

9. Зробіть підписи до рисунків «Будова фотоелектроколориметрів КФК-2 (А) та КФК-3 (Б)»

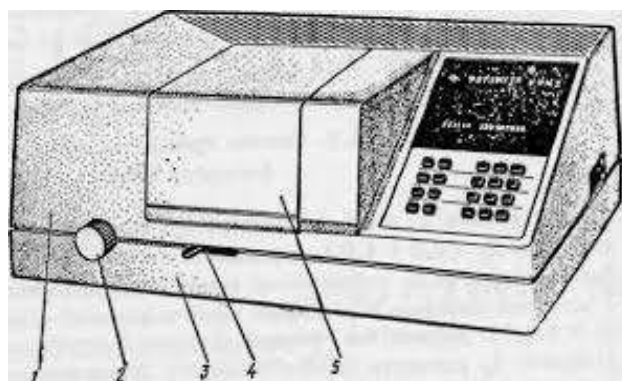
А.



1.
2.
3.

4.
5.
6.

Б.



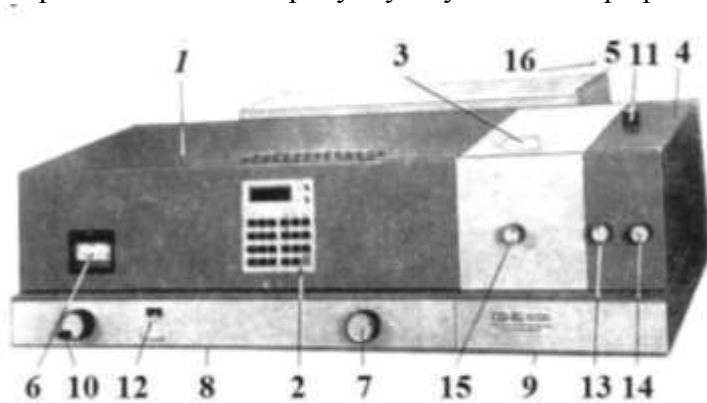
1.
2.
3.

4.
5.

10. Заповніть схему: «Прилади оптичного аналізу».

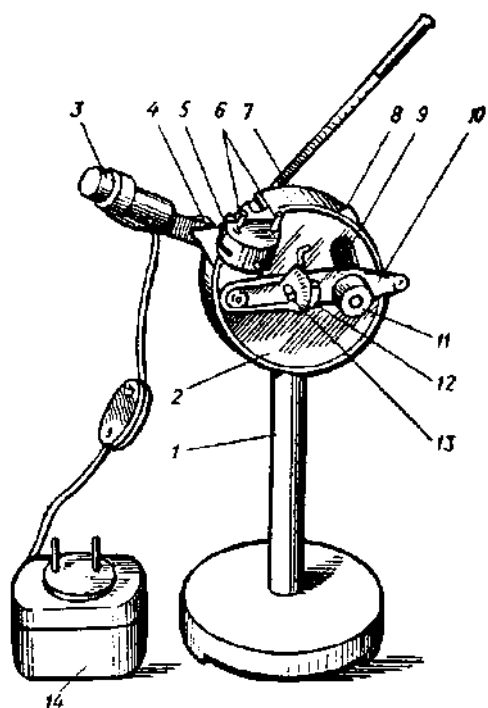


11. Зробіть підписи до рисунку «Будова спектрофотометра».



- | | |
|-----|------|
| 1 – | 9 – |
| 2 – | 10 – |
| 3 – | 11 – |
| 4 – | 12 – |
| 5 – | 13 – |
| 6 – | 14 – |
| 7 – | |
| 8 – | |

12. Зробіть підписи до рисунку «Будова рефрактометра типу РПЛ-3».



- | | |
|-----|------|
| 1 – | 9 – |
| 2 – | 10 – |
| 3 – | 11 – |
| 4 – | 12 – |
| 5 – | 13 – |
| 6 – | 14 – |
| 7 – | |
| 8 – | |

13. Дайте визначення поняттям:

Спектр поглинання – _____

Спектрофотометр – _____

Інтенсивність – _____

«Пропускання світла» – _____

Абсорбція – _____

Спектрофотометрія – _____

Монохроматори – _____

Фотоелектроколориметрія – _____

Рефракція – _____

Рефрактометрія – _____

Нефелометрія – _____

Турбідиметрія – _____

Молярний коефіцієнт поглинання – _____

Стандартний розчин – _____

Контрольні запитання:

1. На чому ґрунтуються оптичні методи дослідження?
2. Які органічні реагенти використовуються для фотометричних визначень?
3. Які причини відхилення від закону Бугера-Ламберта-Бера?

4. Як називається графічна залежність поглинання світла від довжини хвилі випромінювання?
5. Що є об'єктом для спектрофотометричних вимірювань?
6. Чим визначається чутливість колориметричного методу?
7. На які групи поділяються фотоколориметри залежно від кількості фотоелементів, які використовують при вимірюваннях?
8. Що є основними джерелами світла в фотометрії?
9. На вимірюванні яких властивостей розчинів ґрунтуються методи турбідиметрії і нефелометрії?
10. Вкажіть переваги і недоліки методів нефелометрії і турбідиметрії.
11. Що лежить в основі колориметричного аналізу?

ТЕОРЕТИЧНЕ ОБГРУНТУВАННЯ:

Порядок вимірювання на фотоелектроколориметрі КФК-2

1. Перед роботою перевірте заземлення приладу.
2. Для стабільності показів колориметр необхідно вмикати в мережу за 15–20 хв до початку вимірювань. Під час прогріву кюветне відділення повинно бути відкритим (при цьому шторка перед фотоприймачами перекриває світловий потік).
3. У кюветне відділення помістити кювету з розчинником або контрольним розчином, відносно якого проводяться вимірювання та досліджуваний розчин. Закрити кришку кюветного відділення.
4. Перемикачем світлофільтрів встановити необхідний за видом вимірювання кольоровий світлофільтр.
5. Встановити мінімальну чутливість колориметра. Для цього ручку «Чутливість» встановити в положення «1», ручку «Установка «100» грубо» – у крайнє ліве положення.
6. Перевірити установку стрілки колориметра на «0». Для цього:
 - для вимірювання світлофільтрами: 315, 364, 400, 440, 490, 540 нм (позначені на перемикачі чорним кольором) перемикач «Чутливість» установити в одне з положень «1», «2» або «3» (позначені також чорним кольором), при якому стрілка шкали буде наближатись до «0»;
 - для вимірювання світлофільтрами: 590, 670, 750, 870, 980 нм (позначені червоним кольором) перемикач «Чутливість» установити в одне з положень «1», «2» або «3» (зображених червоним кольором), при якому стрілка шкали буде наближатись до «0»;
 - ручками «грубо» і «точно» завершити точне встановлення «0».

7. Поворотом ручки перемикача кювет кювету з розчинником або контрольним розчином замінити кюветою з досліджуваним розчином.
8. Зняти відлік за шкалою колориметра, відповідний коефіцієнту пропускання досліджуваного розчину у відсотках або за шкалою А (D) в одиницях оптичної густини.
9. Вимірювання провести 2–3 рази і остаточне значення вимірної величини визначити як середнє арифметичне з отриманих значень.
10. Прилад вимкнути, кювети вийняти, сполоснути їх дистильованою водою та етанолом, висушити. Протерти кюветне відділення.

Оптимальними умовами для роботи колориметра є:

1. Температура навколишнього середовища 20 – 25 °С.
2. Відносна вологість повітря 45 – 80 %.
3. Напруга живлення мережі (220 + 224,4) В, 50 Гц.

ІНСТРУКЦІЯ ДЛЯ ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Завдання 1. Колориметричне визначення вітаміну А в риб'ячому жирі

Реактиви та обладнання: розчин риб'ячого жиру в хлороформі (1:10), концентрат вітаміну А в риб'ячому жирі, хлороформ, оцтовий ангідрид, 33 % розчин трихлористої сурми (SbCl_3) у хлороформі, фотоелектроколориметр або спектрофотометр, пробірки, піпетки.

Принцип та механізи реакції. Метод ґрунтується на реакції вітаміну А з трихлористою сурмою в середовищі оцтового ангідриду з утворенням синього забарвлення. Інтенсивність забарвлення прямо пропорційна концентрації вітаміну А в досліджуваному розчині та визначається фотометрично при довжині хвилі 620 нм.

Хід роботи:

1. Приготуйте досліджуваний розчин риб'ячого жиру в хлороформі у співвідношенні 1:10.
2. У пробірку внесіть 0,4 мл досліджуваного розчину.
3. Додайте 1–2 краплі оцтового ангідриду.
4. Долийте 4 мл 33 % розчину трихлористої сурми у хлороформі.
5. Перемішайте вміст пробірки та витримайте 10 хвилин.
6. Виміряйте оптичну густину розчину на фотоелектроколориметрі або спектрофотометрі при довжині хвилі 620 нм відносно контрольного розчину, що містить лише реагент трихлористої сурми.
7. За калібрувальним графіком визначте вміст вітаміну А у 0,4 мл досліджуваного розчину.

Побудова калібрувального графіка:

1. Приготуйте серію стандартних розчинів вітаміну А з відомим вмістом 20, 40, 60 і 80 МО (міжнародних одиниць) у 0,4 мл розчину.
2. До кожного стандартного розчину додайте 1–2 краплі оцтового ангідриду та 4 мл розчину трихлористої сурми.
3. Через 10 хв виміряйте оптичну густину кожного стандартного розчину при 620 нм.
4. Побудуйте графік залежності оптичної густини (D) від вмісту вітаміну А (МО).
5. За отриманим графіком визначте кількість вітаміну А в досліджуваному розчині.

Обробка результатів:

Вміст вітаміну А в 1 мл риб'ячого жиру визначають за формулою: $C = a \times V / Q$, де С – вміст вітаміну А в 1 мл риб'ячого жиру (в од.), а – кількість вітаміну А в 1 мл досліджуваного розчину (для цього кількість вітаміну А, знайдена за графіком в 0,4 мл розчину), поділити на 0,4, од.; V – загальний об'єм досліджуваного хлороформового розчину риб'ячого жиру, мл; Q – взята на аналіз кількість риб'ячого жиру, мл.

Пояснити отримані результати, зробити висновок, результати записати в робочий зошит.

Результати роботи:

Оптична густина досліджуваного розчину: _____
Вміст вітаміну А за калібрувальним графіком: _____ МО
Розрахунок вмісту вітаміну А:
Вміст вітаміну А в риб'ячому жирі: _____ МО/мл

Висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 21

Тема: Хроматографічні методи аналізу.

Мета: ознайомитися із хроматографічним методом дослідження, отримати навички застосовувати хроматографію на практиці.

Теоретичні питання:

1. Суть хроматографічного методу.
2. Класифікація хроматографічних методів.
3. Паперова хроматографія.
4. Тонкошарова хроматографія.
5. Іонобмінна хроматографія.
6. Газова хроматографія.
7. Високоєфективна рідинна хроматографія.

Питання для самопідготовки:

1. Зазначте, що виступає «рухомою» та «нерухомою» фазами у хроматографії.

2. Заповніть схему: «Застосування хроматографічного методу».

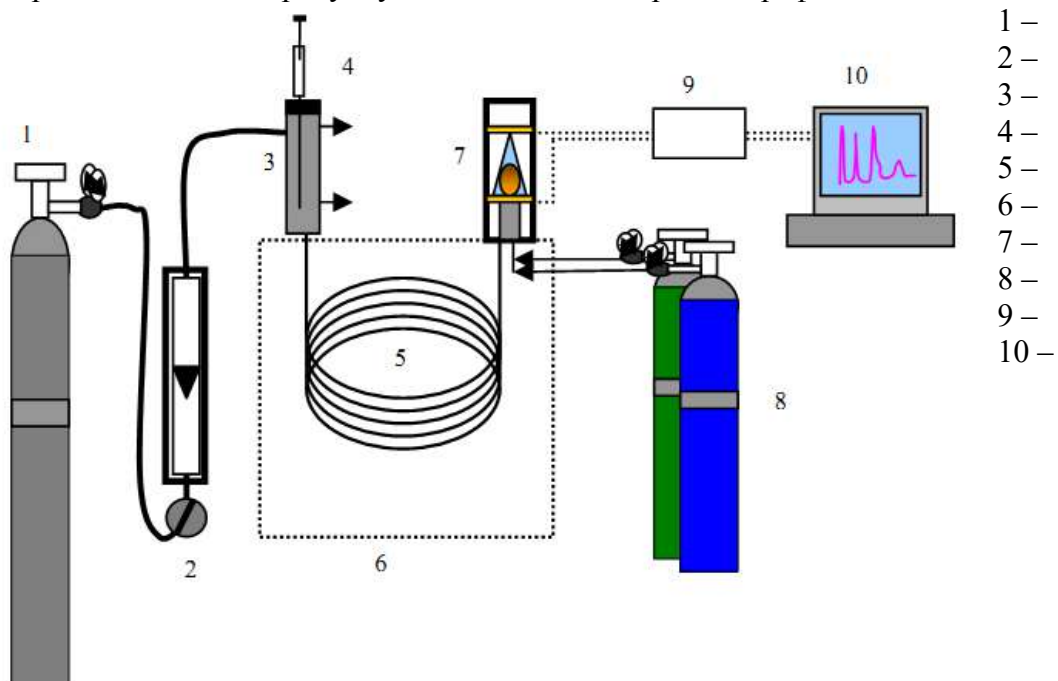
3. Заповніть таблицю: «Класифікація хроматографічних методів аналізу».

| <i>Ознака</i> | <i>Типи хроматографії</i> | <i>Характеристика</i> |
|--|---------------------------|-----------------------|
| <i>За агрегатним станом фаз</i> | | |
| | | |
| <i>За механізмом взаємодії сорбенту та сорбату</i> | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| <i>За технікою виконання</i> | | |
| | | |
| <i>Залежно від мети</i> | | |
| | | |
| | | |

4. Заповніть схему : «Види паперової хроматографії».

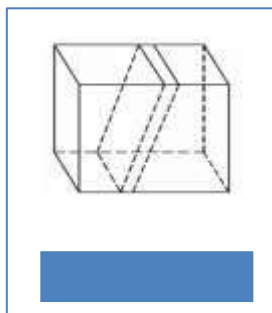
| <i>Одновимірна хроматографія</i> | <i>Двовимірна хроматографія</i> | <i>Радіальна хроматографія</i> | <i>Електрофоретична хроматографія</i> |
|----------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|---------------------------------------|
| | | | |

5. Зробіть підписи до рисунку «Схема газового хроматографа».



6. Опишіть методику проведення тонкошарової хроматографії.

7. Розгляньте наведене на рисунках обладнання. Визначте, для якого типу хроматографії воно використовується. Зробіть підписи.



8. Дайте визначення поняттям:

Хроматографія – _____

Нерухома фаза – _____

Сорбент – _____

Хроматограма – _____

Хроматографічні піки – _____

Сорбат – _____

Адсорбція – _____

Адсорбент – _____

Адсорбат – _____

Абсорбція – _____

Абсорбат – _____

Паперова хроматографія – _____

Тонкошарова хроматографія – _____

Іоніти (іоннообмінники) – _____

Катіоніти – _____

Аніоніти – _____

Амфоліти – _____

Аналітична хроматографія – _____

Елюат – _____

Елюент – _____

Коефіцієнт розподілу – _____

Хроматограф – _____

Хроматографічний зразок – _____

Хроматографічний пік – _____

Газова хроматографія (ГХ) – _____

Газо-рідинна хроматографія (ГРХ) – _____

Рідинна хроматографія (РХ) – _____

Високоєфективна рідинна хроматографія (ВЕРХ) – _____

Розподільна хроматографія – _____

Іонообмінна хроматографія – _____

Афінна хроматографія – _____

Контрольні запитання:

1. У чому полягає суть хроматографічного аналізу?
2. Які види хроматографії Ви знаєте?
3. Які основні параметри хроматограми (елюційні характеристики)?
4. У чому полягає відмінність між класичною і високоефективною хроматографією?
5. В чому відмінність між фізичною і хімічною адсорбцією?
6. Яка мета хроматографічного процесу?
7. Які розчинники використовуються у паперовій хроматографії?
8. Які переваги тонкошарової хроматографії?
9. У чому полягає принцип методу адсорбційної хроматографії на папері?

ІНСТРУКЦІЇ ДЛЯ ОФОРМЛЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Завдання 1. Виявлення амінокислот методом тонкошарової хроматографії

Принцип та механізм методу. Амінокислоти, пептиди та їх похідні зручно розділяти методом хроматографії в тонкому шарі (ТШХ). Для досягнення цієї мети використовують скляні, пластикові або металеві пластинки з нанесеним на них тонким шаром пористого носія-сорбенту (силікагель, целюлоза та ін.).

Через різну хімічну будову амінокислот вони рухаються за фронтом розчинника (проявника) з різною швидкістю й виокремлюються із суміші.

Ідентифікацію амінокислот здійснюють за значенням коефіцієнта рухливості (R_f), який характеризує відносне переміщення речовини відносно фронту рухливості фази. Для цього з точністю до міліметра вимірюють відстань, що її пройшов проявник від лінії нанесення аміно-кислої до межі фронту проявника. З такою самою точністю вимірюють відстань від точки нанесення кожної амінокислоти на хроматограму до центру кольорової плями, яка утворилася внаслідок нінгідринової реакції. Шляхом ділення відстані, яку пройшла амінокислота на хроматограмі, на відстань, яку пройшов фронт проявника, знаходять R_f .

$$R_f = l_1 / l_2, \text{ де:}$$

l_1 – відстань від стартової лінії до центру плями речовини, см; l_2 – відстань від стартової лінії до фронту розчинника, см.

Реактиви та обладнання: пластинки для тонкошарової хроматографії, камера для тонкошарової хроматографії з притертою кришкою, сушильна шафа, стандартна суміш амінокислот, кислота льодяна оцтова, вода дистильована, н-бутанол, розчин нінгідрину, пробірки, піпетки, олівець, лінійка.

Хід роботи:

1. На пластинці для ТШХ м'яким простим олівцем проведіть стартову лінію на відстані 1,5–2,0 см від нижнього краю.

2. Позначте точки нанесення стандартних та досліджуваних зразків, залишаючи між ними відстань не менше 0,8 см.

3. За допомогою капілярних піпеток нанесіть невеликі об'єми стандартних і досліджуваних розчинів на відповідні точки стартової лінії.

4. Висушіть місця нанесення зразків на повітрі.

5. Для забезпечення рівномірного руху розчинника видаліть шар сорбенту шириною приблизно 0,5 см уздовж верхнього та бокових країв пластинки.

6. Приготуйте хроматографічну камеру:

- внутрішні стінки вистеліть хроматографічним папером;

- змочіть папір елюентом;

- закрийте камеру та витримайте декілька хвилин для насичення її паром розчинника.

7. Помістіть пластинку в камеру так, щоб нижній край був занурений у розчинник на 0,5–0,8 см, а стартова лінія залишалася вище рівня елюенту.

8. Проводьте хроматографування до підняття фронту розчинника приблизно на 10 см від стартової лінії.

9. Вийміть пластинку з камери та негайно позначте положення фронту розчинника.

10. Висушіть пластинку в сушильній шафі при температурі близько 70 °С до повного видалення залишків розчинника.

11. Виявіть амінокислоти одним із таких способів:

✚ використовуйте рухому фазу з додаванням нінгідрину (50 мг на 100 мл елюенту);

✚ або після висушування обприскайте пластинку розчином нінгідрину та повторно прогрійте її до появи забарвлених плям.

Після обробки нінгідрином висушіть пластинку та прогрійте її в сушильній шафі при температурі 100–110 °С протягом 5–10 хв до появи фіолетових або синьо-фіолетових плям.

12. Після появи забарвлених плям виконайте їх аналіз та замалюйте отриману хроматограму в робочий зошит.

Склад рухомої фази (елюенту). Для розділення амінокислот можуть використовуватися такі системи розчинників:

✓ н-бутанол : оцтова кислота : вода = 4 : 1 : 1;

✓ трет-аміловий спирт : метилетилкетон : вода = 2 : 2 : 1;

✓ піридин : н-бутанол : оцтова кислота : вода = 94 : 19 : 63 : 75.

Обробка результатів:

1. Виміряйте відстань від стартової лінії до центру кожної забарвленої плями.

2. Виміряйте відстань від стартової лінії до фронту розчинника.

3. Для кожної плями розрахуйте коефіцієнт рухливості R_f .

4. Порівняйте отримані значення R_f із довідковими значеннями або зі значеннями стандартних амінокислот.

5. Встановіть якісний склад досліджуваної суміші.

6. Замалюйте отриману хроматограму в робочий зошит та позначте ідентифіковані амінокислоти.

Результати дослідження:

А. Замалюйте отриману хроматограму та позначте ідентифіковані амінокислоти.

Б. Заповніть таблицю.

А. Отримана хроматограма

Б. Розрахуйте коефіцієнти рухливості та заповніть таблицю

| Речовина | Відстань, пройдена речовиною, см | Відстань фронту розчинника, см | Rf | Ідентифікована амінокислота |
|----------|----------------------------------|--------------------------------|----|-----------------------------|
| | | | | |

Висновки:

Дата: _____

Підпис викладача _____

*Підсумкова модульна контрольна робота № 2
«Розчини. Титриметричний аналіз. Інструментальні методи аналізу».*

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

Основна:

1. Гирина Н. П., Шляніна А. В., Ковальчук І. С. Техніка лабораторних робіт: навчальний посібник. Київ: ВСВ “Медицина”, 2019. 304 с.

2. Основи техніки лабораторних робіт: навч. посіб. для студентів закладів вищої освіти / І. С. Гриценко та ін.; за заг. ред. проф. І. С. Гриценка. Харків: НФаУ: Золоті сторінки, 2019. 194 с.

3. Техніка лабораторних робіт: навчально-методичний посібник для студентів вищих медичних, фармацевтичних навчальних закладів спеціальності 226 “Фармація” / Н. П. Гирина, І. С. Ковальчук, А. В. Шляніна, І. В. Туманова. Київ.: ВСВ “Медицина”, 2017. 72 с.

4. Шевряков М. В., Рябініна Г. О., Попович Т. А. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз неорганічних та органічних речовин: навч. посіб. для студентів хімічних та фармацевтичних спеціальностей закладів вищої освіти. Херсон: ОЛДІ-ПЛЮС, 2020. 304 с.

5. Яцков М. В., Горницька С. С., Козловець В. В. Техніка лабораторних робіт. Кількісний аналіз: навч. посіб. Рівне: НУВГП, 2019. 269 с.

Додаткова:

1. Аналітична хімія і методи аналізу: навч. посібник / С. Н. Масленко, В. В. Величко, Н. М. Великонська, В. В. Перескока. Дніпропетровськ: НМетАУ, 2011. 162 с.

2. Аналітична хімія. Загальні положення. Рівноваги. Якісний та кількісний аналіз: навч. посібник / О. І. Юрченко та ін.; за ред. О. І. Юрченко Х.: ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2012. 418 с.

3. Аналітична хімія: навч. посіб. для студентів вищих навчальних закладів / В. В. Болотов та ін.; за ред. В. В. Болотова. Харків.: Вид-во НФаУ, 2004. 480 с.

4. Зінчук В. К., Левицька Г. Д., Дубенська Л. О. Фізико-хімічні методи аналізу. Львів: Видавн. центр ЛНУ ім. І. Франка, 2008. 363 с.

5. Манько В. В., Гальків М. О., Клевець М. Ю. Основи техніки лабораторних робіт у фізіологічних дослідженнях. Львів: ЛНУ ім. І. Франка, 2005. 135 с.

6. Основи техніки лабораторних робіт з хімії: навчальний посібник / Аксьонова О. Ф., Гарбуз О. В., Маслій О. Г., М'ячиков О. В.. Київ.: Вид-во “Ліра-К”, 2011. 157 с.

7. Техніка лабораторних робіт. Якісний аналіз: навч. посіб. / М. В. Яцков та ін. Рівне: РВВ НУВГП, 2014. 322 с.

8. Шевченко І. Л. Техніка лабораторних робіт. Харків.: Вид-во НФаУ: Золоті сторінки, 2003. 108 с.

9. Юзик Г. Ю. Техніка лабораторних робіт: навч. посіб. Київ.: Медицина, 2007. 144 с.

Інтернет-ресурси:

1. <https://ela.kpi.ua/handle/123456789/27309>

2. <https://www.pharmencyclopedia.com.ua/>

Навчальне видання

Укладачі:

Музика Лідія Володимирівна

Шелюк Юлія Святославівна

Робочий зошит для лабораторних занять з обов'язкової освітньої компоненти «Техніка лабораторних досліджень» для підготовки здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти галузі знань, спеціальності Е1 Біологія та біохімія за освітньо-професійною програмою «Біологія»

Надруковано з оригінал-макета автора
Підписано до друку Формат 60x90/16. Ум. друк.арк. 2.38 д.а.
Обл. вид арк. 4.75. Друк різнографічний.
Гарнітура Times New Roman. Зам. 30. Наклад 200.

Видавництво Житомирського державного університету імені Івана Франка
Свідоцтво про державну реєстрацію:
серія ЖТ № 10 від 07.12.04 р.
м. Житомир, вул. Велика Бердичівська, 40
електрона пошта (zu@zu.edu.ua)