

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД
"Ужгородський національний університет"
Біологічний факультет
Кафедра генетики, фізіології рослин і мікробіології**

В.Й. Белчгазі, П.В. Вайда, М.М. Вакерич, Я.С. Гасинець, Я.В. Горват

СПЕЦПРАКТИКУМ З ФІЗІОЛОГІЇ РОСЛИН

Навчально-методичний посібник

Ужгород – 2023

ББК 28.57я73

Б 63

УДК 581.1

Спецпрактикум з фізіології рослин / В.Й. Белчгазі, П.В. Вайда., М.М. Вакерич, Я.С. Гасинець, Я.В.Горват: [Навчально-методичний посібник].- Ужгород: ФОП Роман О.І., 2023.- 107 с.

Навчальний посібник містить шість розділів : «Організація роботи лабораторії», «Хімічний лабораторний посуд та його призначення», «Лабораторні нагрівальні прилади», «Методи очищення розчинів», «Основні поняття про розчини», «Правила роботи на аналітичних приладах». В них подані описи робіт в фізіологічних лабораторіях, ознайомлення з якими і їх виконання дає можливість здобути важливі навички роботи, ознайомитись з основними правилами виготовлення розчинів, підготовки рослинного матеріалу до аналізу. Описані правила роботи з деякими приладами.

Посібник рекомендується для студентів – біологів, аспірантів, науковців, які працюють в галузі фізіології рослин, цитології, біохімії, біофізики та екології рослин, учнів середніх шкіл і спеціальних навчальних закладів.

Рецензент: к.б.н, доцент В.В.Симочко завідувач кафедри плодовоовочівництва і виноградарства ДВНЗ «УжНУ»

Рекомендовано до друку:

Кафедрою генетики, фізіології рослин і мікробіології ДВНЗ «УжНУ»,
протокол № 11 від.22 червня 2023 р.

Методичною комісією біологічного факультету ДВНЗ «УжНУ»,
протокол № 6 від 28 червня 2023р.

© В.Й. Белчгазі, П.В. Вайда, М.М. Вакерич,
Я.С. Гасинець, Я.В.Горват © ДВНЗ «УжНУ»

ЗМІСТ

РОЗДІЛ I ОРГАНІЗАЦІЯ РОБОТИ ЛАБОРАТОРІЇ.....	5
1.1. Загальні відомості про роботу в лабораторії.....	5
1.2. Ознайомлення з технікою безпеки праці в лабораторії.....	6
1.3. Надання першої медичної допомоги в лабораторії.....	7
1.4. Правила роботи та запобіжні заходи під час роботи у лабораторії.....	8
РОЗДІЛ II ХІМІЧНИЙ ЛАБОРАТОРНИЙ ПОСУД ТА ЙОГО ПРИЗНАЧЕННЯ.....	10
2.1. Посуд загального призначення.....	10
2.2. Посуд спеціального призначення.....	15
2.3. Мірний посуд.....	18
2.4. Нескляний посуд.....	22
2.5. Хімічний фарфоровий посуд.....	24
2.6. Допоміжні пристрої та матеріали.....	29
2.7. Перевірка мірного посуду.....	32
2.8. Очищення хімічного посуду. Приготування миючих сумішей.	
Сушіння хімічного посуду.....	33
РОЗДІЛ III ЛАБОРАТОРНІ НАГРІВАЛЬНІ ПРИЛАДИ.....	41
3.1. Щільність речовин. Аерометри, їх характеристика.....	41
3.2. Температура. Термометри, їх характеристика.....	43
3.3. Методи нагрівання.....	47
3.4. Прожарення.....	51
3.5. Термостати.....	54
РОЗДІЛ IV МЕТОДИ ОЧИЩЕННЯ РОЗЧИНІВ.....	57
4.1. Фільтрування.....	57
4.2. Промивання осадів.....	65
4.3. Центрифугування	68
РОЗДІЛ V ОСНОВНІ ПОНЯТТЯ ПРО РОЗЧИНИ	71
5.1. Аналітичні концентрації.....	71
5.2. Розрахунок наважок речовин для приготування розчинів.....	72
5.3. Ознайомлення з способами виготовлення розчинів індикаторів.....	85
РОЗДІЛ VI ПРАВИЛА РОБОТИ НА АНАЛІТИЧНИХ ПРИЛАДАХ.....	87
6.1. Правила зважування на аналітичних терезах.....	87
6.2. Правила роботи з фотоелектроколориметром КФК-2.....	89
6.3. Правила роботи на спектрофотометрі СФ-26.....	91
6.4. Правила роботи на спектрофотометрі GRANUM 722.....	92

СТАТИСТИЧНА ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ.....	97
ДОДАТКИ.....	99
СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	107

РОЗДІЛ I

ОРГАНІЗАЦІЯ РОБОТИ ЛАБОРАТОРІЇ

1.1. Загальні відомості про роботу в лабораторії

Правила роботи з хімічними реактивами

Хімічні реактиви – речовини, що мають високу ступінь чистоти і використовуються для проведення хімічних реакцій.

Реактиви в лабораторії повинні мати етикетку з назвою, датою випуску, назвою заводу-виробника, хімічною формулою, концентрацією розчину.

Не можна користуватися хімічними реактивами невідомого складу (в разі втрати етикетки), визначати їх по запаху, пробувати на смак.

Тверді реактиви треба набирати фарфоровою ложкою, шпателем, грудочки розбивати скляною паличкою. Не можна брати їх руками, а також допускати переплутування пробок, кришок від банок з різними реактивами.

Реактиви з сильним запахом та отруйні, речовини необхідно переливати тільки під тягою.

Робота з кислотами

Працювати з кислотами необхідно під тягою. При виготовленні розчинів сірчаної кислоти **запам'ятайте:** кислоту треба лити у воду порційно і перемішувати. При цьому розчин розігрівається.

В разі опіку кислотами необхідно це місце добре промити водою, після чого обробити 5% розчином двовуглекислого натрію або 10% розчином вуглекислого амонію і знову водою.

При попаданні в очі необхідно використовувати 3-5%, для рота – 5% розчин двовуглекислого натрію.

Робота з лугами

Під час приготування розчинів брати луги руками не можна. В разі опіку лугом пошкоджене місце необхідно промити декілька разів водою, а потім обробити 3-6% розчином оцтової або 1-2% розчином соляної кислот, після чого – знову водою.

При зважуванні твердих реактивів на технічних терезах слід використовувати спеціальний папір, на аналітичних - скляний посуд.

При роботі з леткими речовинами (HCl та ін.), а також при нагріванні речовин на водяній бані необхідно користуватися тягою.

При користуванні хімічними розчинами треба відливати стільки розчину, скільки потрібно для роботи. Залишки не можна виливати в склянку з основним розчином.

В лабораторії необхідно працювати в білих халатах.

1.2. Ознайомлення з технікою безпеки праці в лабораторії

Під час виконання деяких робіт, пов'язаних з нагріванням, висушуванням. при роботі з легкозаймистими і вибухово небезпечними речовинами існує небезпека виникнення пожежі. Пожежі від нагрівання, пропалювання і висушування та інших дії можуть виникнути через несправності нагрівальних електричних приладів сушильних шаф, муфельних печей, електроплиток), недотримання правил протипожежної безпеки. За правилами протипожежної безпеки треба регулярно перевіряти стан електричних приладів в приміщенні лабораторії, розеток, електричних запобіжників ("пробок"). Нагрівальні прилади повинні стояти на столах з керамічним покриттям, або ж під них слід класти товсті листки азбесту або заліза. Якщо для нагрівальних приладів не можна виділити окрему кімнату, то частину стіни, близько до них розміщену, бажано оббити азбестом або залізом.

Причиною пожежі може бути неправильне користування речовинами, що легко займаються: діетиловим ефіром, хлороформом, спиртом, ацетоном, бензином, толуолом, бензолом та іншими, які можуть легко загоратись від близько розміщених нагрівальних приладів. Тому всі операції пов'язані з нагріванням таких речовин, слід проводити на попередньо нагрітій водяній бані з відключеним електрообігрівом.

Пари вогнебезпечних речовин при змішуванні з повітрям, утворюють пароповітряні суміші, що мають критичні величини вибухонебезпеки, тому при їх зберіганні треба дотримуватись спеціальних інструкцій і працювати з ними під витяжкою.

При попаданні вогнебезпечних речовин на лабораторний стіл або на підлогу їх треба засипати піском для адсорбування розлитої рідини після чого згребти лопаткою і видалити з лабораторії

При виникненні пожежі в лабораторії необхідно організувати її гасіння і викликати місцеву пожежну охорону.

Спосіб гасіння пожежі залежить від причини, що обумовила її виникнення і від характеру речовини, яка загорілась.

Причинами пожежі можуть бути: спалах вогнебезпечних речовин від іскри або відкритого полум'я: порушення в електро- і водо забезпеченні, що веде до перегріву електричних проводів: коротке замикання; вибухи або стихійне лихо. При всіх причинах необхідно відключити струм в лабораторії і перекрити його забезпечення. Якщо встановлено, що горить нерозчинна у воді речовина (наприклад, бензин, скипидар та ін.). то для гасіння неможна застосовувати воду, тому що багато вогнебезпечних речовин легші за воду і утворюють на її поверхні плівку з полум'ям, яке важко гасити. В таких випадках для гасіння використовують пісок або накривають полум'я азбестом чи ковдрою. Якщо відомо, що палаюча рідина розчинна у воді (спирт, ацетон та ін), то можна гасити

спеціальними сольовими розчинами, які слід зберігати в бутлях, ітримати в спеціально відведених місцях разом з піском тавогнегасниками. Добре діє насичений розчин Na_2CO_3 або суміш з 40-50% води, 40-50% ZnCl_2 і 5-20% $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Хорошим засобом гасіння пожежі в усіх випадках є чотирьоххлористий вуглець. При дотику з вогнем ця речовина утворює важкі пари, які перекривають доступ повітря до місця горіння. При гасінні водою палаючих стін, лабораторних столів, звільнених від вогненебезпечних речовин, струмін води слід направляти в нижню частину полум'я.

Гасити електропроводку пінними вогнегасниками не можна, бо викличе ураження електричним струмом. Вогнегасники повинні висіти в лабораторії на легко доступних місцях. Всі працюючі в лабораторії повинні бути ознайомлені з інструкцією про користування вогнегасниками.

Ефективним засобом боротьби з пожежею є пісок. Він повинен бути сухим, сипучим, не засміченим. При зберіганні його необхідно час від часу перемішувати, щоб він не ущільнювався.

1.3. Надання першої медичної допомоги в лабораторії

Для цього обов'язково повинна бути аптечка, до комплексу якої входять: бинти, вата, клей, розчини йоду (3-х процентний), борна кислота (2-х процентна), оцтова кислота (2-х процентна), двовуглекислий натрій (2-5-и процентний), хлористий натрій (10-ти процентний), хлористий кальцій (2-х процентний), перекис водню (3-х процентний), мідний купорос- (1-о процентний) водний розчин аміаку (1-о процентний), жовтої кров'яної солі (0,1-процентний). марганцево-кислий калій (0,2-процентний), вапнякова вода або суспензія окису магнію (15 г окису магнію на 100 см³ води), активоване вугілля.

При порізах рану треба очистити від сторонніх включень, змазати йодом і перев'язати.

При термічних опіках першого і другого ступеня пошкоджені місця посипають двовуглекислим натрієм або використовують примочки з свіжоприготовлених розчинів питної соди (2-процентний), "марганцовки" (5-процентний). або 96-процентного етанолу.

При більш сильних опіках потерпілого необхідно негайно відправити в лікарню.

При хімічних опіках пошкоджену ділянку швидко промивають значною кількістю води. Після цього накладають примочку: при опіках лугом з розчину (злегка кислого на смак) оцтової кислоти, при опіках кислотами - з 2-процентного содового розчину.

При отруєнні хімікатами треба негайно викликати лікаря, а до його прибуття надати першу допомогу.

При отруєнні пестицидами, які зараз широко застосовують для захисту рослин від шкідників, хвороб, а для боротьби з бур'янами - гербіциди, необхідно: 1) якщо препарат попав на шкіру, треба негайно змити поразену ділянку водою з милом або провести обеззаражування відповідним дезактивуючим засобом. 2) при попаданні всередину викликати блювання і промити шлунок теплою водою (краще нейтралізуючим розчином). Дати сольове проносне. Забезпечити спокій і зігрівання тіла.

1.4. Правила роботи та запобіжні заходи під час роботи у лабораторії

Під час виконання лабораторних робіт із великого практикуму з фізіології та біохімії рослин необхідно дотримуватись правил роботи в лабораторії:

1. Під час виконання робіт у хімічній лабораторії студенти повинні бути одягнені у халати з бавовняної тканини.
2. Скляний посуд, у якому зберігаються реактиви, сухі речовини, кислоти і луги, має бути ретельно закритий для запобігання їх розкладання, випаровування та потрапляння у них забруднень.
3. На всіх посудинах із реактивами повинні бути наклеєні етикетки зі вказівкою назви реактиву і дати його приготування.
4. Забороняється збереження розчинів у мірчому посуді (мірних колбах, циліндрах та ін.), які використовуються тільки для приготування реактивів і виміру їх об'єму.
5. Для збереження реактивів чистими залишки невикористаних речовин не можна повертати в ті банки, з яких вони бралися.
6. Із леткими речовинами (соляна кислота, аміак, сірчаний ефір, фенол тощо) необхідно працювати тільки під витяжною шафою.
7. Готуючи розчини у мірному посуді, доливати розчинник до мітки можна тільки після повного розчинення речовини. Приготовлений розчин ретельно перемішують.
8. Після відкриття банки або склянки з реактивом пробку варто тримати в руці або класти її на стіл зовнішньою поверхнею.
9. Перш ніж набрати розчин чистою піпеткою або циліндром, їх необхідно обполоснути цим розчином.
10. Для виміру об'єму реактивів, що часто використовуються в лабораторній практиці, бажано мати для кожного з них підписаний циліндр або піпетку.
11. Необхідно пам'ятати, що для розведення концентрованих кислот потрібно доливати кислоту у воду, а не навпаки.
12. Розливу кислоту нейтралізують лугом, а потім змивають великою кількістю води.
13. Хімічний порцеляновий та скляний посуд під час нагрівання потрібно ставити на азбестову сітку. Під час використання водяної бані необхідно стежити за рівнем води у ній.

14. Під час роботи в лабораторії з отруйними речовинами (кислоти, феноли тощо) необхідно дотримуватись правил техніки безпеки.
15. Не можна залишати в лабораторії без догляду включені електровимірювальні та електронагрівальні прилади.
16. Забороняється працювати в лабораторії без захисного одягу (бавовняних халатів).
17. У лабораторіях не можна тримати верхній одяг.
18. Забороняється виконувати роботи, знаходячись наодинці. Обов'язкова присутність мінімум двох людей.

РОЗДІЛ II

ХІМІЧНИЙ ЛАБОРАТОРНИЙ ПОСУД ТА ЙОГО ПРИЗНАЧЕННЯ

Хімічний лабораторний посуд виготовляють з різних природних та штучних матеріалів: скла, фарфору, корунду, шамоту, кварцу, металу, пластмас тощо. Найбільш поширений у лабораторіях посуд загального призначення, який виготовлено зі скла, яке завдяки термічній стійкості є придатним матеріалом для виготовлення хімічного посуду. В тих випадках, коли його хімічної або термічної стійкості недостатньо, застосовують посуд з інших матеріалів.

До посуду загального призначення відносять пробірки, склянки, колби, реторти, лійки, кристалізатори, холодильники, трійники, крани; спеціального призначення — апарати Кіппа, Сокслета, К`ельдаля, склянки Вульфа, Дрекслея, Тищенко, дефлегматори, пікнометри, ареометри, колби з круглим дном, спеціальні холодильники, прилади для визначення температур кипіння, плавлення, молекулярної маси.

Одиниця вимірювання об'єму речовини – кубічний метр (1 м^3). Літр – спеціальна назва кубічного дециметра ($1 \text{ л} = 1 \text{ дм}^3 = 10^{-3} \text{ м}^3$). При точних вимірюваннях застосовують співвідношення $1 \text{ л} = 1,000028 \text{ дм}^3$. Вимірювання об'єму рідин виконують за допомогою мірних посудин з мітками, що вказують на їх місткість. До мірного посуду відносять бюретки, мірні колби, піпетки, мірні циліндри, мензурки та градуйовані пробірки. На кожній посудині повинні бути такі написи: а) число, яке вказує номінальну ємність (за винятком виробів з лініями градування, де вказана ємність); б) символ « см^3 » або символ «мл», що показує одиницю об'єму, в яких градуйована посудина; в) напис « $20 \text{ }^\circ\text{C}$ », що показує температуру, при якій посудина відкалібрована; г) літери «In» або H, що показують, що посудина калібрована на наливання, або літери «Ex» або O, що показують, що посудина калібрована на відливання; д) цифра, що показує клас точності посудини; е) ім'я або знак виробника та / або продавця. Бюретки, колби і піпетки, які використовуються для точних вимірювань, калібрують по зразковим мірам місткості 1 або 2 розряду зазвичай при 45 температурі $20 \text{ }^\circ\text{C}$.

2.1. Посуд загального призначення

Пробірки необхідні для проведення аналітичних, мікробіологічних та інших робіт. Крім простих біохімічних пробірок (рис.1), застосовують градуйовані (рис.1) та центрифужні (рис.2).



Рис. 1. Пробірки біохімічні: прості пробірки та пробірки мірні (градуйовані) зі шліфом.



Рис. 2. Пробірки центрифужні: скляні та пластикові

Лійки використовують для переливання рідин, фільтрування та інших операцій. Вони бувають різних діаметрів, мають гладку і ребристу внутрішню поверхню, а також різної довжини трубку (рис.3). Під час роботи їх встановлюють у спеціальному штативі або в кільці.

Лійки аналітичні використовують для фільтрування; ділильні — для розподілу рідин, що не змішуються: крапельні—для додавання рідини в реакційну масу.



Рис. 3. Лійки: лабораторна з довгим стеблом, лабораторна з коротким стеблом, дільна циліндрична зі скляним краном, дільна грушоподібна з тефлоновим краном, фільтруюча з пористим диском без шліфа, фільтруюча з пористим диском зі шліфом.

Колби з плоским та круглим дномбувають різної місткості — від 50 см³ до кількох дм³. зі шліфами і без них (рис. 4).



Рис. 4. Колби з плоским та круглим дном: плоскодонна звичайна, плоскодонна зі шліфом, круглодонна з двома горловинами зі шліфом, круглодонна з трьома горловинами зі шліфом.

Конічні колби застосовують для титрування. Вони бувають різної місткості та форми (рис.5).



Рис. 5. Колби конічні: звичайні та зі шліфом

Колби для відсмоктування (Бунзена) використовують для фільтрування під вакуумом, вони мають тубус для з'єднання з вакуумним насосом, а інколи — зливний кран (рис.6).



Рис.6. Колба Бунзена

Промивалки використовують для промивання осадів дистильованою водою або яким-небудь розчином змивання осадів з фільтрів. У пробку встановлюють дві трубки для впуску повітря та виходу струменя води (рис 7).

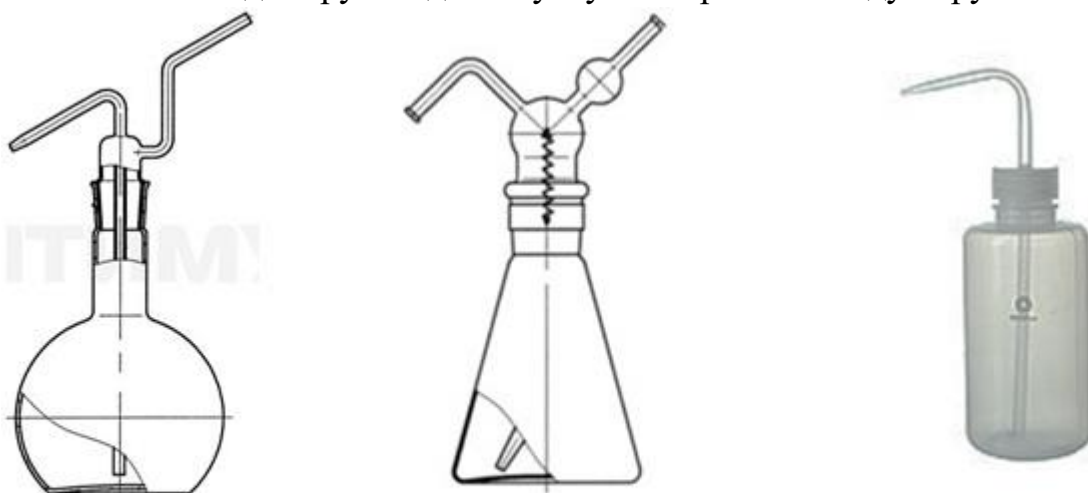


Рис.7. Промивалки лабораторні: скляні кругла і конічна, та поліпропіленова

Кристалізатори -циліндричний з плоским дном посуд різних діаметрів і місткості (рис. 8). Їх використовують для перекристалізації речовин та випарювання.



Рис.8. Кристалізатор та чаша для випарювання

Холодильники -пристрої, призначені для охолодження та конденсації пари. Прямі холодильники (Лібиха) застосовують для збору конденсату (рис.9). Зворотні холодильники (Алліна) використовують для перегонки конденсат (рис. 9).

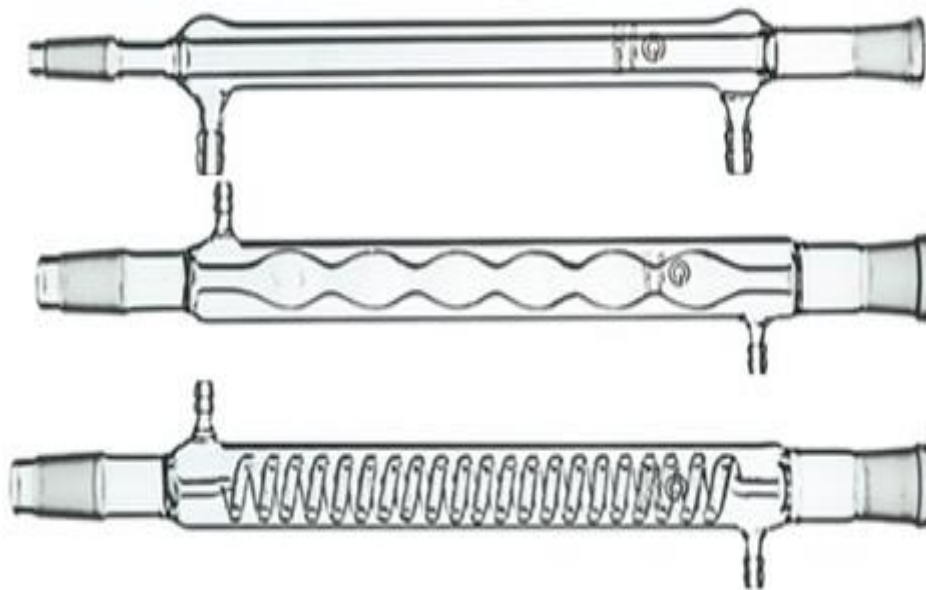


Рис. 9 Холодильники. Лібиха. Алліна. Сокслета

Кульковий холодильник Сокслета може бути обладнаний мішалкою (рис.10) і найчастіше використовується як зворотний. Холодильник Діброта (рис. 10) можна використовувати як зворотний, так і низхідний. Пальцевий холодильник використовується для охолодження реакційного середовища.

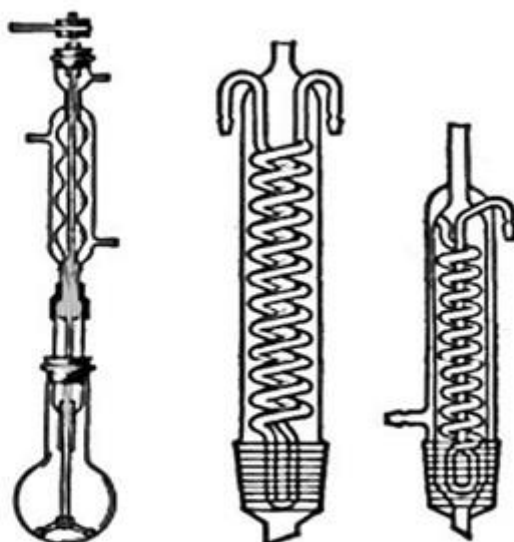


Рис. 10. Кульковий холодильник з мішалкою, холодильник Діброта.

Сифони, перехідні трубки, алонжі, шліфи, скляні трубки і капіляри:

Сифони– пристрої для переливання рідин з більшої місткості в іншу або для зливання рідини над осадам.

Перехідними трубками, або адаптерами, називають трубки з шліфами для з'єднання різного хімічного посуду при зборі тієї чи іншої установки.

Алонжі- вигнуті скляні трубки, по яких конденсат потрапляє з холодильника в приймач.

Скляні шліфи- це щільне з'єднання двох скляних виробів з притертими, пришліфованими поверхнями.

Трубки зі скла знаходять найширше застосування в лабораторній практиці. Вони завжди повинні бути в лабораторії в необхідній кількості та асортименті. Трубки бувають для відводу газів і для поєднання частин установки.

Капіляри- тонкі скляні трубочки з внутрішнім діаметром 0,5-0,8 мм і довжиною від 30 до 100 мм з одним запаяним кінцем. Вони потрібні для визначення температур плавлення речовин, для полегшення рівномірного кипіння рідини при її перегонці тощо.

2.2. Посуд спеціального призначення

Колби з круглим дном використовують в тих же випадках, що й з плоским. Установлюють їх на спеціальні підставки, які мають заглиблення.

Колби для дистиляції Вюрца, Кляйзена, Арбузова (рис. 11) мають різну місткість. При перегонці рідин їх приєднують до холодильника. Зверху вставляють термометр. У другу шийку колби Кляйзена вставляють трубку,

відтягнуту в капіляр, що поліпшує перегонку при зниженому тиску.

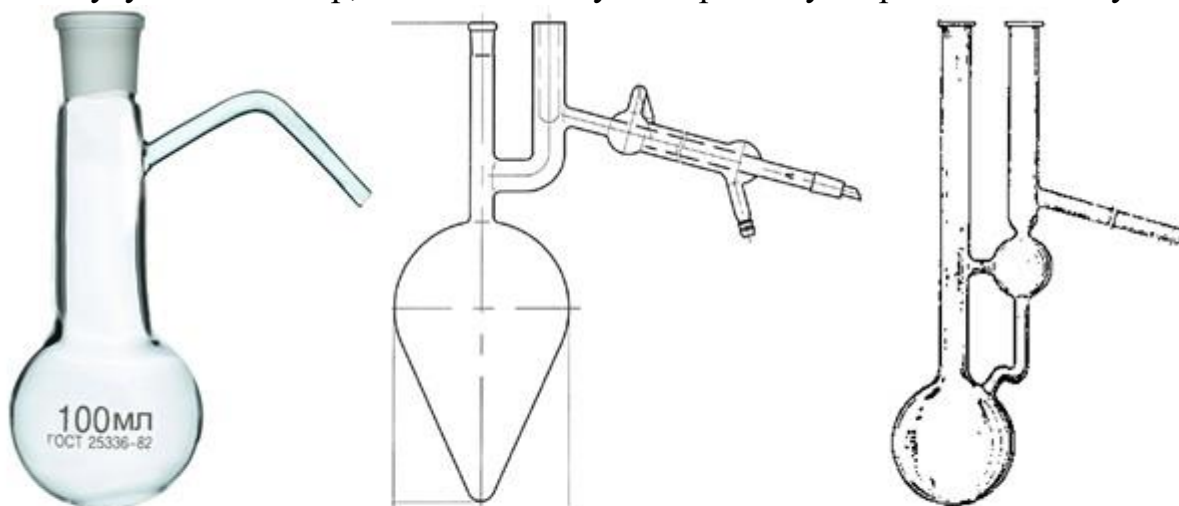


Рис. 11. Колби Вюрца, Кляйзена, Арбузова.

Колба Арбузова (вдосконалена колба Кляйзена) має більшу дефлегмаційну здатність (при раптовому закипанні рідина стікає назад).

Дефлегматори або насадки для дистиляції використовують при фракційній перегонці суміші рідин, температури кипіння яких відрізняються на 40—50 °С. Дефлегматори бувають різних розмірів і форм: кулькові, ялинкові, циліндричні з насадкою (рис. 12).

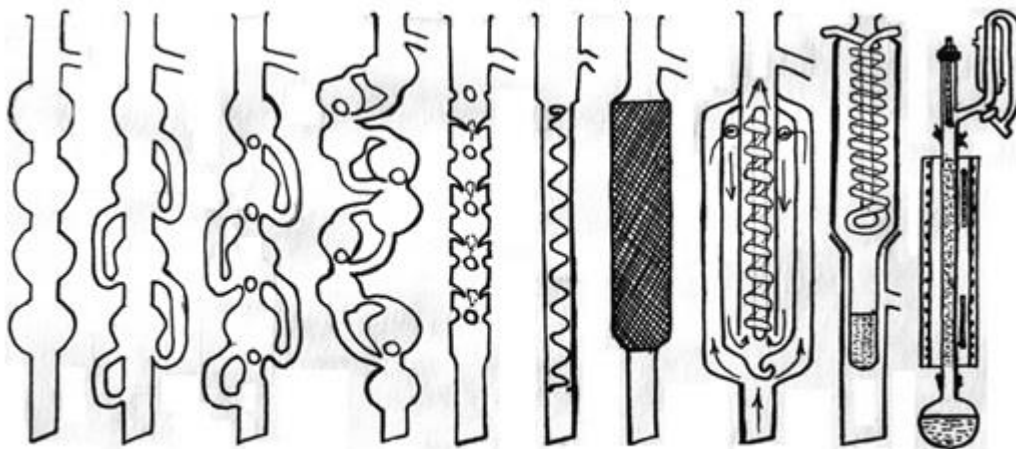


Рис. 12. Дефлегматори та ректифікаційні колонки.

Ексикатори (рис. 13) використовують для висушування та зберігання речовин, які поглинають вологу з повітря. Їх поділяють на звичайні (без крана) і вакуумні (з краном). Висушувану речовину розміщують на вставці над водопоглинальною речовиною. Під час роботи з ексикатором необхідно стежити за змащенням його притертих частин.



Рис. 13. Ексикатори: звичайний та вакуумний.

Апарат Кіппа (рис. 14) призначений для одержання газів (водню, карбон (IV) оксиду тощо) за допомогою хімічних реакцій. Середню частину апарата Кіппа наповнюють цинком, мармуром тощо. Нижню частину заповнюють через верхню (грушоподібну) лійку розбавленим розчином соляної кислоти, потім (через 5—10 хв.) кран для відведення газу закривають, що припиняє контакт хімічних речовин.

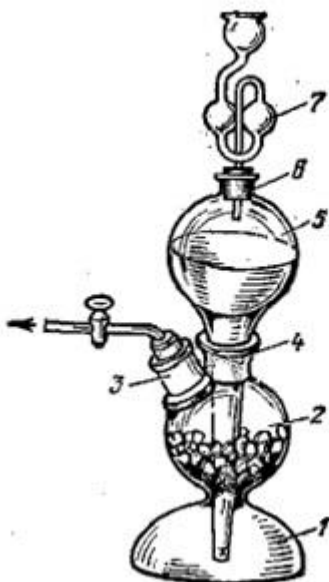


Рис. 14. Апарат Кіппа: 1 – резервуар, 2 – кулясте розширення, 3 – тубус для відведення газу, 4 – горло кулястого розширення, 5 – грушоподібна лійка, 6 – горло лійки, 7 – запобіжна лійка.

Крапельниці— це посуд зі вставленими в нього піпетками. Призначені вони для витрачання реактиву по краплях.

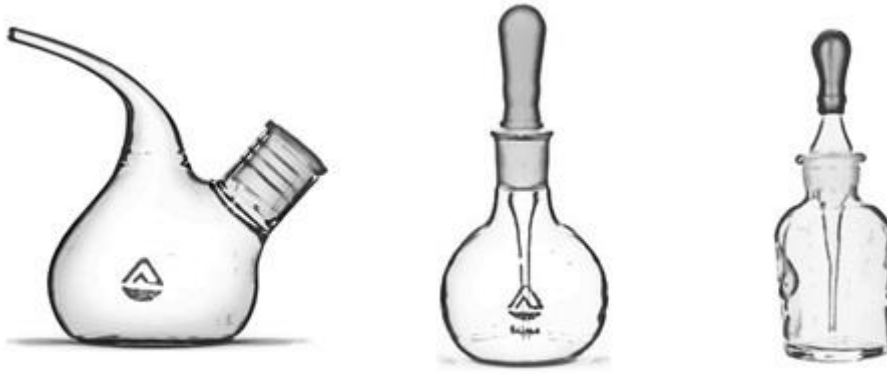


Рис. 15. Крапельниці скляні лабораторні.

Хлоркальцієві трубки використовують для запобігання забрудненню різних речовин та розчинів з повітря. Трубки заповнюють кальцій хлоридом (від води), ангідроном (від парів води), аскарітом (від карбон (IV) оксиду).

2.3. Мірний посуд

Призначений для вимірювання об'єму рідини. До мірного посуду відносять бюретки, мірні колби, піпетки, вимірювальні циліндри, мензурки та градуйовані пробірки.

Бюретки використовують для вимірювання точних об'ємів рідин при титруванні (рис.16). Найбільш поширеними є прямі бюретки з одноходовим краном. Мікробюретки використовують для вимірювання об'ємів рідини близько десятих, сотих часток см^3 .

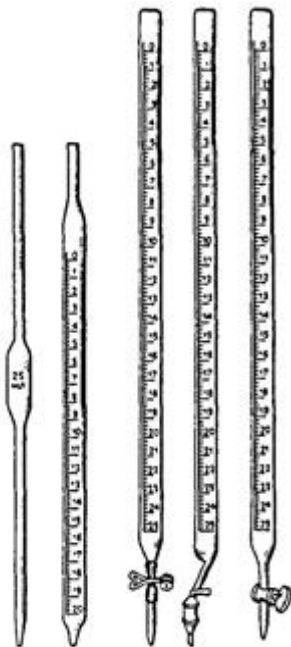


Рис. 16. Піпетки, бюретки.

Вимірювальні піпетки— це посуд для точного відмірювання об'єму рідини. Піпетки випускають градуйовані і неградуйовані (з позначкою). Піпетки

калібровані по воді, ними можна користуватися для вимірювання об'єму рідин, близьких за в'язкістю до води.

Мірні колби звичайно плоскодонні з довгими шийками, призначені для приготування розчинів визначеної концентрації, розчинення речовин. розбавлення розчинів, мають кільцеву позначку на циліндричній частині шийки (рис. 17).



Рис. 17. Мірні колби, циліндри, мензурки, стакани.

Мірні циліндри використовують для вимірювання об'ємів рідин, які наливають або відливають у межах повного об'єму циліндра чи його частини. Мірні циліндри бувають з пришліфованою пробкою, носиком (рис.17).

Мензурки та стакани використовують для вимірювань об'ємів, відстоювання каламутних рідин. Мензурки бувають циліндричної або конічної форми (рис.17).

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

Піпетки для рідин (рис.18). Звичайні піпетки (піпетки Мору) - це скляні або пластикові трубки невеликого діаметру з розширенням посередині.

Нижній кінець піпетки злегка відтягнутий і має діаметр близько 1 мм.

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

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



Рис. 18. Скляні піпетки Мора



Рис. 19. Піпетки Салі



Рис. 20. Пластикові (одноразові) піпетки

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

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

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

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

частина виливаного розчину може потрапити на стінку колби і при подальшому титруванні не вступить в реакцію з розчином, що виливається з бюретки.

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

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

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



Рис.21. Автоматична піпетка (дозатор)

Для відмірювання малих об'ємів рідин застосовують мікропіпетки ємністю 1, 2, 3 і 5 мм. Мікро-піпетки бувають скляними або автоматичними. Автоматичні піпетки (дозатори) часто градуують, вони мають поділки в 0,01 мл, що дозволяє робити відлік з точністю 0,002—0,005 мл (рис.20).

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

Піпетки мають бути завжди чисто вимитими; їх слід ставити в особливий штатив (рис. 21) і закривати зверху маленькими пробірками або шматком чистого фільтрувального паперу. Якщо штатива в лабораторії немає, піпетки можна зберігати в скляному циліндрі, на дно якого заздалегідь кладуть декілька шарів чистого фільтрувального паперу, вирізаного кульками. Після роботи піпетку обполіскують водою, що кілька разів дистильована, і поміщають в скляний циліндр, кожного разу замінюючи верхній шар фільтрувального паперу свіжим.



Рис. 22. Штативи для піпеток

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

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

1. Піпетка при відборі рідини завжди повинна знаходитися в строго вертикальному положенні.
2. При установці нижнього меніска на рівні очей спостерігача має бути розташований в одній площині з міткою (влучні на передній і задній стінках повинні при цьому зливатися в одну).

2.4. Нескляний посуд

Порцеляновий посуд має більшу термостійкість (до 1300 °С) і механічну міцність, ніж скляний. Тонкостінний порцеляновий посуд витримує різкі перепади температур, у ньому можна проводити пропікання речовин на газовому пальнику, у муфельній печі, випарювання на піщаній бані. Промисловість випускає порцелянові стакани, випарювальні чашки, лійки, ступки, тиглі.

Порцелянові ступки з товкачами призначені для роздрібнення твердих матеріалів у порошок і ретельного змішування сипких речовин (рис. 23).



Рис.23. Порцелянова ступка з товкачем, лійка бюхнера

Лабораторні ступки з товкачами виготовляються з міцного порцеляну. Поверхня ступки всередині не покривається глазур'ю, як і широка частина товкача. Це робиться для того, щоб шорстка поверхня сприяла ефективнішому подрібненню речовин. Зовні порцелянові ступки покриваються глазур'ю зі спеціальним складом. Завдяки цьому вони набувають особливої міцності до механічних впливів і термостійкі характеристики.

Лійки Бюхнера призначені для фільтрування осадів та відокремлення твердих речовин від рідин у нагрітому і холодному стані при низькому тиску (див. рисунок 23).

Тиглі Гуча сітчастим дном призначені для фільтрування хімічно активних речовин через азбестовий вкладиш відсмоктуванням (рис.20).



Рис.24. Тиглі Гуча, Розе та ложечки для спалювання

Тиглі Розе необхідні для нагрівання, розплавлення і загартування речовин з одночасним уловлюванням газів, які відходять, або підведенням газів (рис.24).

Ложки-шпателі застосовують для знімання осадів з фільтрів, відбору речовини (рис.25).

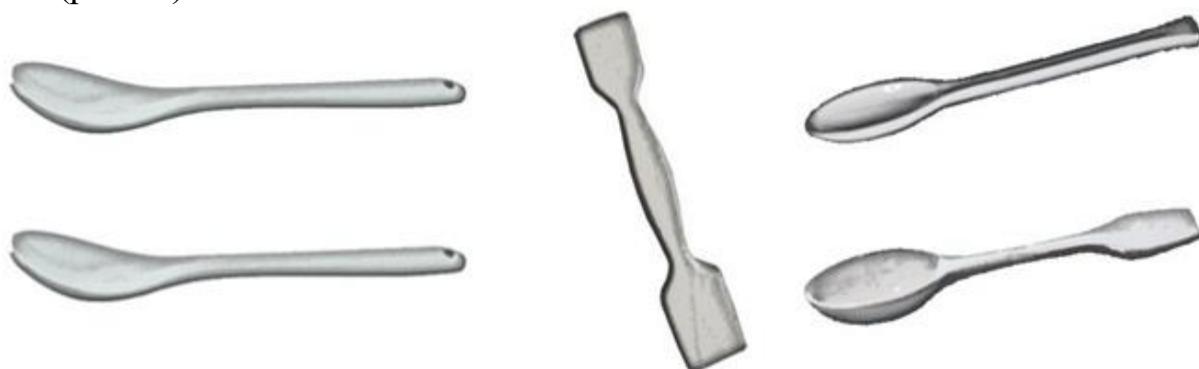


Рис. 25. Ложки, шпателі порцелянові

Вогнетривкий посуд використовують у тих випадках, коли потрібне нагрівання понад 1200 °С. Тиглі виготовляють із вогнетривких матеріалів: графіту, алунду, кварцу, шамоту, карбідів, деяких металів та їх оксидів. Шамотні тиглі мають трикутну верхню частину. Графітові тиглі дають змогу проводити роботи у відновному середовищі. Алундові тиглі необхідні для роботи при температурі 1600—1800 °С. Корундові тиглі за формою подібні до фарфорових (рис. 26).



Рис.26. Графітові, алундові та корундові тиглі

Кварцовий посуд вимагає бережливого ставлення, оскільки він крихкіший, ніж скляний, має найвищу, порівняно з іншим склом, хімічну стійкість до агресивних середовищ. Проте кварцовий посуд не можна використовувати під час роботи з плавиковою кислотою (*НС*), їдкими лугами та карбонатами лужних металів. Із кварцу виготовляють стакани, колби, пробірки, тиглі, випарювальні чашки, трубчасті печі тощо.

Посуд із полімерних та інших матеріалів (пластиків, метилметакрилових смол, фторопластів) має велику хімічну стійкість, малу теплопровідність, легкість, здатність витримувати удари. Посуд із полімерних матеріалів використовується для виготовлення лійок, флаконів, промивалок, трубок, пробок для посуду.

2.5. Хімічний фарфоровий посуд

Фарфоровий лабораторний посуд – це стакани, випарювальні чашки, тиглі та кришки до них, тиглі Гуча, тиглі Розе, ступки, пестики, шпателі, ложки, вставки до ексікаторів та ін. Фарфоровий посуд переважно використовують для проведення хіміко – аналітичних робіт і допоміжних операцій в препаративних лабораторіях.

Основна перевага фарфору в порівнянні із склом – термостійкість і механічна міцність. Тонкостінний фарфоровий посуд витримує різкі перепади температур і тому може бути використаний для прожарювання речовин на газовому пальнику. Недоліком виробів з фарфору є те, що вони важкі, непрозорі і значно дорожчі від скляних.

Фарфорові **стакани** випускають (рис.27) з носиком тих же розмірів і місткості, як і скляні.

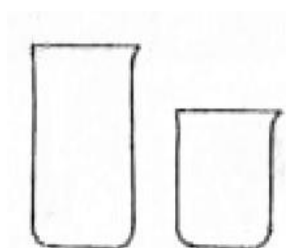


Рис.27. Фарфорові стакани

Кружки випускають з носиком і ручкою місткістю, яка вказана в таблиці 1.

Таблиця 1

Характеристика стаканів

Номер	1	2	3	4	5
Місткість, мл	250	500	1000	2000	4000
Діаметр, мм	65	85	105	120	135
Висота, мм	115	135	170	195	205

Випарювальні чашки широко використовуються в лабораторіях. Вони бувають різної місткості, з діаметром від 3÷4 до 50см і більше. Фарфорові випарні чашки з носиком випускаються наступних розмірів, які вказані в таблиці 2.

Таблиця 2

Характеристика випарювальних чашок

Номер	1	2	3	4	5	6	7	8
Місткість, мл	25	50	100	150	250	450	850	1500
Діаметр, мм	56	72	93	120	156	202	260	366

Чашки всередині повинні бути вкриті глазурю, зовні глазур доходить до $\frac{1}{3}$ - $\frac{1}{2}$ висоти від краю. Чашки використовуються для випарювання різних розчинів.

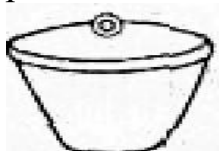


Рис.28 Фарфоровий тигель з кришкою

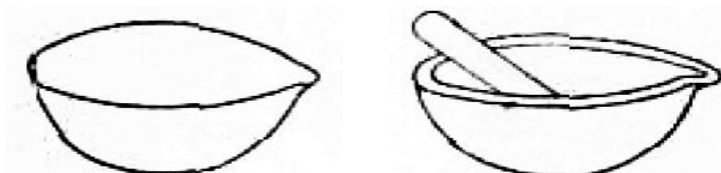


Рис. 29. Випарна чашка

Рис.30. Ступка з товкачем

Ступки (рис. 30) використовуються для розтирання і одержання дрібнодисперсних твердих речовин. Це напівкулеподібні товстостінні чашки з фарфоровим товкачем. Випускають ступки із зовнішнім діаметром 50 (№1), 70 (№2), 90 (№3), 110 (№4), 140 (№5), 180 (№6), 240мм (№7).

Перед роботою ступку ретельно миють. Кількість речовини в ступці, яка підлягає розтиранню, повинна бути не більше $\frac{1}{3}$ об'єму ступки. Розтирання

проводять повільно круговими рухами, не дуже сильно притискаючи товкач до стінок ступки.

Товкачі виготовляють висотою 90 (№1), 120 (№2), 170 (№3) і 210мм (№4) і діаметром відповідно 22, 34, 43 і 57мм.

Тиглі для прожарювання виготовляють різних розмірів, які вказані в таблиці 3.

Таблиця 3

Характеристика тиглів

Номер	1	2	3	4	5	6
Тиглі низькі						
Діаметр, мм	20	25	35	45	55	75
Висота, мм	15	19	26	35	42	57
Тиглі високі						
Діаметр, мм	20	25	35	45	55	-
Висота, мм	25	32	43	55	70	-

В тиглях проводять прожарювання різного роду речовин, спалюють органічні сполуки при визначенні зольності. В більшості випадків нагрівання тиглів проводять прямо на пальнику без використання азбестових сіток або бань. Для нагрівання тигля його потрібно ставити у фарфорову триногу (рис.31). Цю триногу виготовляють з трьох, насаджених на дріт, фарфорових трубок. Трикутник має бути таких розмірів, щоб тигель, вставлений в триногу, виходив назовні не більше ніж на $\frac{1}{3}$ висоти. Підігрів необхідно проводити поступово. Спочатку тигель протягом кількох секунд обігривають, а потім полум'я пальника підводять під тигель так, щоб воно охопило тигель з усіх боків. Полум'я пальника не повинно давати кіптяви. Охолоджують тигель в ексикаторі протягом 15÷20хв.

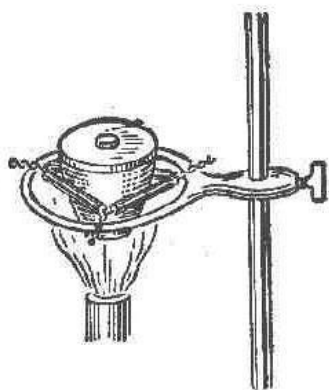


Рис.31. Прожарювання в тиглі

Фарфорові тиглі можна нагрівати до температури не вище 1200°C. Таку температуру можна досягти при прожарюванні в муфельній печі.

Тиглі Гуча (рис.32) - фарфорові із сітчастим дном і фарфоровою пластинкою – призначені для фільтрування під вакуумом хімічно активних речовин через азбестову вкладку.



Рис. 32 Тиглі Гуча

Для нагрівання, розплавлення і прожарювання речовин з одночасним вловлюванням газів або підведенням газів використовують **тиглі Розе**.

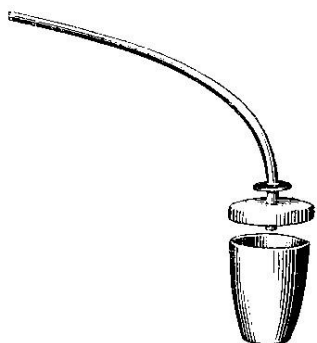


Рис. 33. Тиглі Розе

Кришки до тиглів. Розрізняють кришки двох виконань: випуклі (виконання 1) і ввігнуті (виконання 2) з внутрішнім діаметром 22 (№1), 27 (№2), 38 (№3), 48 (№4), 59 (№5), 79 (№6), 40мм (№7).

Лійка Бюхнера відрізняється від звичайних скляних лійок тим, що вона має фарфорову перегородку з отворами. Для роботи чисто вимиту лійку на резиновій пробці вставляють в колбу Бунзена для фільтрування (рис.34).

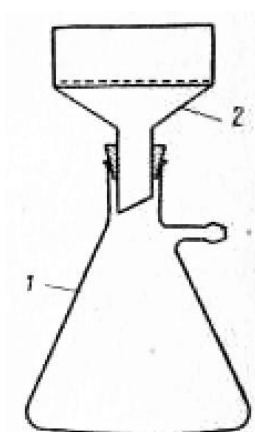


Рис.34. Прилад для фільтрування під вакуумом: 1 – колба Бунзена; 2 – лійка Бюхнера

На сітчасту перегородку лійки кладуть два кружечки фільтрувального паперу, діаметр яких повинен бути на 1мм менший внутрішнього діаметра лійки. Потім їх необхідно трохи змочити дистильованою водою, або тією рідиною, яку

треба буде відфільтрувати. При цьому фільтрувальний папір щільно притискається до сітчастої перегородки, що попереджує попадання твердих речовин у фільтрат.

В лабораторіях для набирання твердих сипучих реактивів, для зняття осадів з фільтрів часто використовують фарфорові **ложки, шпателі**. Ложки різняться довжиною 120 (№1), 150 (№2), 200 (№3), 250мм (№4).

Правила користування хімічним фарфоровим посудом

- Вироби із фарфору треба розігрівати поступово, підвищуючи температуру. Розігрітий посуд не брати холодними щипцями і не ставити на холодну підставку.
- В фарфоровому тиглі не можна проводити сплавлення з лужними речовинами, наприклад з карбонатом натрію, а також працювати з фторводневою кислотою, тому що фарфор при цьому руйнується.
- При використанні нових фарфорових тиглів необхідно попередньо їх промити і прожарити.
- Тиглі, які тільки витягнули із муфельної печі або зняли з пальника, не можна охолоджувати водою і ставити на підставки з дерева, лінолеуму, пластмаси. Біля муфельної печі необхідно поставити цеглу із шамоту або керамічну плитку, на які ставлять розпечені тиглі.

2.6. Допоміжні пристрої та матеріали

В лабораторіях широко використовуються різні пристрої для збирання установок, для проведення різного роду препаративних робіт.

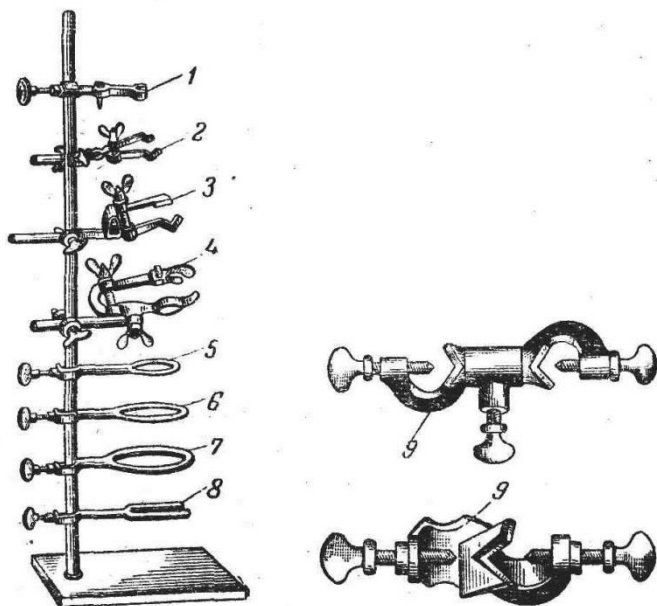


Рис. 35. Стальний штатив з набором: 1,2 – лапки малі; 3,4 – лапки великі; 5,6,7 – кільця; 8 – вилка; 9 – муфти для лапок і кілець

Штатив – стальний стержень, закріплений на важкій чотирикутній стальній підставці. Стержень закріплюють майже біля самого краю підставки, а не посередині. Штативи використовуються для закріплення на них різних приладів. Штатив (рис.35) має набір тримачів: лапки, кільця, муфти.

Лапки бувають різної форми і величини, використовуються для кріплення бюреток, холодильників, колб, ділільних лійок і т.п. Внутрішня частина лапки повинна бути вкрита гумою або іншим м'яким матеріалом, щоб при затисканні не роздавити скло.

Кільця використовують для розміщення колб, стаканів та інших приладів на необхідній висоті.

Для пробірок використовують поліетиленові **штативи** на 10, 20, 40 гнізд, алюмінієві - на 12, 24, 48 та 60 гнізд. Для нагрівання пробірок на водяній бані використовують металевий штатив (рис.36).

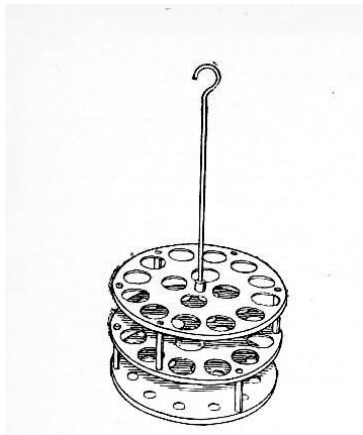


Рис.36. Металевий штатив для нагрівання пробірок

Тримачі для пробірок (рис.37) бувають металічні та дерев'яні, використовуються при нагріванні пробірок.

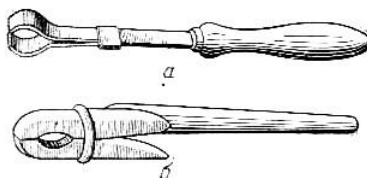


Рис.37. Тримач для пробірок: а) металевий; б) дерев'яний

Тигельні щипці (рис.38) використовуються для тиглів при витягуванні їх з муфельної печі. Тигельні щипці необхідно класти на стіл так, щоб вигнуті кінці були доверху.

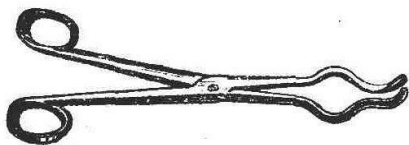


Рис.38. Тигельні щипці

Пінцети (рис.39) використовують для того, щоб брати невеликі предмети. Наприклад, пінцетом необхідно брати гирки для терезів, металічний натрій, калій (щоб не торкатися металу голими руками) та в інших випадках.

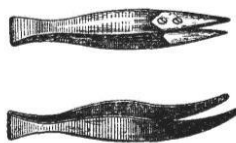


Рис.39. Пінцети

Для герметизації посуду, в лабораторії часто використовують коркові, гумові, поліетиленові, скляні та інші пробки.

Коркові пробки виготовляють з кори пробкового дуба. Вони досить розповсюджені. Перед тим, як налити або насипати в посуд якусь речовину, необхідно підібрати відповідну пробку, яка була би трохи меншого діаметру від самого отвору посуду. Часто при монтажі тих чи інших приладів необхідно

просвердлити отвір в пробці, щоб пропустити через них скляну трубку, термометр. Для свердління пробок використовують ручні або механічні свердла. При свердлінні пробку беруть в ліву руку, а в правій руці повинно знаходитися свердло. Легко натискаючи на свердло і весь час повертаючи його в пробці, слідкують, щоб свердло було перпендикулярно тій поверхні, яку просвердлюють. Діаметр отвору повинен бути меншим діаметру трубки, яку вставляють. Після того як пробка просвердлена, свердло витягують і вибивають з нього пробку, що знаходиться всередині нього. Одним із недоліків коркових пробок є їх низька кислото- та лугостійкість. Але після обробки таких пробок спеціальними розчинами вони стають більш стійкими.

Гумові пробки значно дорожчі коркових, але їх також широко використовують. Гумові пробки дають повнішу герметизацію, ніж коркові. Нові гумові пробки обсипані зверху тальком або іншими мінеральними речовинами, тому перед тим як закривати новою пробкою посуд, її необхідно витерти або вимити. Свердлять гумову пробку аналогічно як і коркову, з меншої основи при обов'язковому використанні мастила. В якості мастильних матеріалів, що полегшують свердління, використовують вазелінове масло, гліцерин.

Скляні пробки (рис.40) окремо не продаються, вони є складовими частинами посуду. Їх використовують, коли потрібна повна герметизація і коли речовина, яка знаходиться в посуді може негативно діяти на коркову або резинову пробку. Коли посуд нічим не заповнений, між пробкою і горлом вставляють кусочок паперу, щоб пробку не «заїло». Щоб відкрити пробку, яку «заїло», існує декілька способів. По краю пробки необхідно легко простукати зверху і знизу невеликим дерев'яним молоточком або простою дерев'яною паличкою. Якщо цей спосіб не підходить, то можна прогріти горло посуду, але щоб не нагрілася сама пробка.

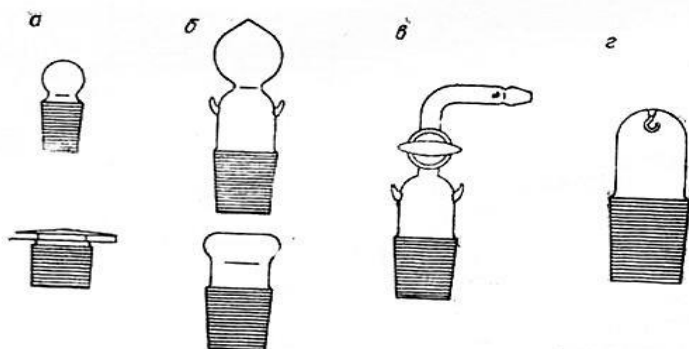


Рис.40. Типи скляних пробок із шліфами: а) масивні; б) пустотілі; в) пустотілі із з'єднувальним краном; г) пустотілі з внутрішнім крючком

Правила користування допоміжними пристроями

- За лабораторними металевими предметами необхідно постійно слідкувати і запобігати їхньому ржавінню. Наприклад, штативи, лапки, муфти необхідно інколи покривати спеціальним негорючим чорним лаком. Тигельні щипці, триноги необхідно очищати від іржі. Чистити можна наждачним папером.
- Необхідно економно відноситися до коркових та гумових пробок.

- Свердла для просвердлювання отворів в коркових і в гумових пробках повинні бути завжди гострими.
- Коли в просвердлену пробку вставляють скляну трубку або термометр, їх треба тримати якомога ближче до того кінця, який знаходиться в пробці.
- Спочатку необхідно підібрати пробку до посуду, а вже потім насипати або наливати в нього речовини.
- У кожного посуду повинна бути своя пробка. Пробки від різного посуду не можна перемінювати, особливо це відноситься до скляних пробок.
- Якщо посуд з притертою скляною пробкою пустий, то обов'язково необхідно помістити кусочок паперу між корком і горлом.
- Зберігати луг в посуді з притертими скляними пробками не можна, тому що пробку неодмінно «заїсть».

2.7. Перевірка мірного посуду

Мірні колби, пікнометри, піпетки і бюретки перед роботою необхідно перевіряти. Масове виробництво мірного посуду без паспортизації кожної її одиниці призводить до того, що зазначена на мірному посуді місткість часто не відповідає дійсній.

Перед перевіркою мірний посуд ретельно миють і висушують. Висушений мірний посуд, використовуваний на "вилівання" (піпетки і бюретки), перед перевіркою змочують чистою водою: наливають її в посуд, який перевіряють, і дають постояти 1-2 хв., після чого виливають, як і при звичайному використанні.

Перевірка мірного посуду полягає у визначенні маси чистої води, що не містить домішок і розчиненого повітря, наливої в посуд до мітки (мірні колби і пікнометри) або вилитої з неї (піпетки і бюретки) при даній температурі і атмосферному тиску. По знайденій масі води визначають дійсну місткість мірного посуду, використовуючи таблиці густини води для визначених температури та тиску. Якщо тиск в лабораторії нижчий за нормальний, то на кожний міліметр різниці додають виправлення. Якщо тиск вищий за нормальний, виправлення відповідно віднімають. Різниця між табличною та фактичною масою води відповідає поправці на об'єм для вимірюваного посуду. Перед перевіркою мірний посуд ретельно очищують та висушують, а міри, що калібровані на відливання, безпосередньо перед перевіркою змочують дистильованою водою. При перевірці піпеток з однією міткою воду з них спускають у бюкс із кришкою і зважують. Не виливаючи воду з бюкса, спускають у нього знову повну піпетку і зважують. Так роблять і втретє. Із трьох значень маси води беруть середнє. Користуючись даними табл. 1, вносять виправлення на барометричний тиск та розраховують дійсну місткість перевірюваної піпетки.

Перевірку градуйованих піпеток проводять так само, як і бюреток, для чого на нижній кінець піпетки надягають гумову трубку зі скляним наконечником і затиском. При перевірці бюреток вимірюють масу всього її об'єму, а потім – масу

води через кожні 10 мл. Для точного калібрування перевіряють масу кожного мілілітра.

Таблиця 1

Маса 1 л води при різних температурах

Температура води і повітря, 0С	Маса 1 л 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

Мірні колби, калібровані на відливання, встановлюють на рівну горизонтальну поверхню та наповнюють водою точно до мітки. Потім з колби виливають воду в завчасно зважений стакан чи конічну колбу. Дають стекти краплям води протягом 10–20 с та зважують посудину з водою. Після віднімання маси тари одержують значення маси води, вилитої з колби. Це визначення повторюють три рази та розраховують середню масу вилитої води.

Для перевірки мірних колб на наливання їх ретельно очищують, висушують та зважують. Потім колбу наповнюють дистильованою водою до мітки та зважують знову. Користуючись даними табл. 1, по масі води знаходять місткість перевірюваної колби.

2.8. Очищення хімічного посуду. Приготування миючих сумішей. Сушіння хімічного посуду

Чистота посуду – одна з умов правильних результатів досліду. В роботі можна використовувати тільки чистий посуд, оскільки від цього залежить не лише чистота реагуючих речовин, а й точність вимірювання об'ємів розчинів. Є фізичний і хімічний способи миття посуду.

Фізичні методи очищення хімічного посуду

Фізичний спосіб – це миття хімічного посуду водою за допомогою йоржиків, клаптиків паперу тощо. Пробірки, бюретки, циліндри, склянки тощо можна достатньо очистити механічним способом – протирання стінок посуду, заповнення звичайною водою, різними щітками, йоржиками з м'якою щетиною (рис.41) та ін.. Без води посуд протирати не можна, бо від цього стінки забруднюються ще більше. При митті йоржиком необхідно слідкувати, щоб не

проткнути стінки та дно посуду. Не можна чистити посуд наждачним папером, дротом, тому що на поверхні скла утворюються подряпини.



Рис.41. Йоржики та щітки для миття посуду

Миття водою. Холодна вода відмиває лише добре розчинні в ній забруднення. При нагріванні розчинність більшості речовин у воді зростає, тому гарячою водою можна набагато швидше і якісніше відмити посуд.

Миття з використанням миючих засобів. Для видалення забруднень органічного походження, жирових і смолянистих речовин, які не розчиняють у воді використовують розчини господарського мила, пральної пасти, порошку, соди, фосфату натрію. Використані алонжі, насадки, колби малої місткості в кінці роботи рекомендується покласти в каструлю з нагрітим мильним розчином і прокип'ятити, після чого витягнути і ретельно сполоснути гарячою водою, далі, вимитий посуд споліскують два - три рази дистильованою водою. Миючий розчин може бути використаний багаторазово. Добрим миючим засобом є розчин 75 – 100г Na_2CO_3 в 1л води.

Миття органічними розчинниками. Для очистки посуду від нерозчинних у воді органічних речовин найчастіше використовують ізопропіловий спирт, ацетон, хлороформ та ін. Не потрібно використовувати дорогі та дефіцитні розчинники. Посуд декілька разів ополіскують мінімальними порціями розчинника, зливаючи кожен раз в спеціально відведену банку для зливів. Посуд, промитий органічним розчинником, миють водою з милом або іншими миючими засобами, а потім ополіскують водою, а вже після цього обробляють хромовою сумішшю або іншим окисником.

Пропарювання. Обробка посуду гарячою парою дозволяє добитися дуже високого ступеня чистоти посуду. Ця операція досить тривала (біля одної години). Пропарювання використовують при проведенні особливо точних робіт, коли навіть найменша кількість забруднень шкідлива.

Хімічні методи очищення хімічного посуду

Хімічний спосіб миття – це використання таких миючих засобів, які вступають у реакцію з речовиною, що забруднила посуд. Наприклад, посуд забруднений: 1) нерозчинними у воді карбонатами і основами миють 2%-им розчином хлоридної кислоти; 2) з домішками фенолу – розчином їдкого натру; 3) краплями аніліну, - розчином хлоридної кислоти; 4) манган (IV) оксидом, - кислим розчином ферум (II) сульфатом, розчином шавлевої кислоти; 5) Ферум (II) Сульфідом, - хромовою сумішшю.

Миття хромовою сумішшю. Хромова суміш відноситься до найбільш ефективних миючих засобів. Її дія заснована на окисненні забруднень з утворенням розчинних сполук. Існує багато рецептів приготування хромової суміші. При цьому необхідно надавати перевагу натрієвим солям хроматної та дихроматної кислот, тому що вони краще розчинні у воді в порівнянні з калієвими солями цих кислот.

Хромову суміш бажано використовувати злегка підігрітою (до $45\div 50^{\circ}\text{C}$), тоді вона діє сильніше. Хромову суміш необхідно зберігати в широкому товстостінному посуді, який герметично закривають, щоб не виділявся їдкий і леткий CrO_3 , а також не поглиналася волога з повітря. Обробку посуду хромовою сумішшю необхідно проводити під витяжкою в захисних окулярах, рукавичках, в халаті і гумовому фартуху. При роботі з хромовою сумішшю (та іншими сильними окисниками) необхідно слідкувати, щоб в неї не попадали речовини, які легко окиснюються (метиловий та етиловий спирт), бо це призведе до втрати окисних властивостей суміші. При появі зеленого забарвлення (забарвлення іонів хрому III) хромова суміш не годиться для подальшого використання.

Особливу увагу необхідно звернути щодо миття піпеток і трубок. Не можна затягувати хромову суміш в піпетку ротом. Це може викликати опіки слизових оболонок рота і псування зубів. Хромову суміш необхідно набирати в піпетку за допомогою гумової груші. До груші під'єднують гумову трубку, кінець якої надівають на піпетку. Набирають в піпетку хромову суміш і притримують в ній 12хв. потім випускають. Так повторюють декілька раз, потім миють піпетку як звичайно.

Піпетки, довгі трубки зручно також мити хромовою сумішшю в товстостінному циліндрі такої висоти, щоб трубки могли бути занурені більше як на половину. В циліндр поміщають трубки, які підлягають миттю, і заливають їх доверху хромовою сумішшю. Через деякий час трубки виймають з циліндра, дають стекти хромокій суміші, перевертають трубки іншим кінцем і знов ставлять в циліндр. Потім трубки витягують з циліндра і миють спочатку водопровідною водою а потім дистильованою водою.

Рецепти приготування хромової суміші:

- До розчину 92г подрібненого хромату натрію (Na_2CrO_4) в 458мл води при безперервному перемішуванні поступово додають 800мл концентрованої сульфатної кислоти. Одержану червоно – коричневу рідину можна використовувати багаторазово.
- До 100мл концентрованої сульфатної кислоти при енергійному перемішуванні поступово додають 9,9г дрібнодисперсного дихромату калію.
- До 100мл концентрованої сульфатної кислоти при енергійному перемішуванні поступово добавляють 10г 50% водного розчину дихромату натрію.
- Розчиняють 15г тонкоподрібненого дихромату калію в 100мл гарячої води. Розчин охолоджують і при безперервному перемішуванні по краплях додають до 100мл концентрованої сульфатної кислоти.
- Розчиняють 200г тонкоподрібненого дихромату калію в 1л концентрованої нітратної кислоти. Азотнокисла хромова суміш більш стійка, ніж звичайна, а за миючими властивостями краща за звичайну.

Миття розчином перманганату калію. 4% розчин перманганату калію готують завчасно, зберігають в посуді з темного скла. Для очищення скляного посуду необхідно певну кількість цього розчину налити в посуд, який очищують, і додати тоненькою цівкою концентровану сульфатну кислоту, що викликає розігрівання і забезпечує добре очищення. На 100мл перманганату калію (KMnO_4) беруть близько 3÷5мл сульфатної кислоти. Забороняється брати хлоридну кислоту замість сульфатної, оскільки вона окиснюється перманганатом калію з утворенням вільного хлору. Інколи перманганат калію залишає бурий наліт на стінках посуду, який видаляють слабким розчином щавлевої або лимонної кислоти. Після цього посуд миють водопровідною водою, а потім дистильованою водою.

Відпрацьований підкислений розчин перманганату калію виливають, повторно не використовують.

Миття сумішшю Комаровського. Ця суміш складається з рівних об'ємів 6Н розчину хлоридної кислоти і 5÷6% розчину пероксиду гідрогену. Суміш діє ефективно особливо при невеликому нагріванні, не діє на скло. Після миття суміш можна використовувати повторно.

Сушіння хімічного посуду

Розрізняють наступні методи сушіння: а) холодне сушіння; б) гаряче сушіння.

Для холодного сушіння використовують: дошку з кілками, яку розміщують над раковиною для миття посуду; решітку для сушіння посуду; стіл для сушіння,

в кришці якого прорізани круглі отвори різного діаметру; струмінь холодного повітря, ефір або спирт.

Для гарячого сушіння використовують електричні повітрорудки, електроплитки, «холодне полум'я» газового пальника (мірний посуд над газовим пальником сушити не можна), сушильні шафи.

В сушильну шафу ставлять посуд після холодного сушіння. Сушіння проводять при $80 \div 100^\circ\text{C}$. На полицю шафи необхідно покласти клаптик фільтрувального паперу. Посуд при висушуванні в сушильній шафі не треба ставити вверх дном, тому що це уповільнює видалення вологи. Після сушіння в сушильній шафі посуд повинен остигнути, а потім можна брати його в роботу.

Правила поведінки при очищенні та сушінні хімічного посуду:

1. Вибираючи спосіб очищення миття, насамперед треба врахувати, якою речовиною забруднений посуд.
2. При митті різними розчинниками необхідно економно їх витратити. Необхідно також пам'ятати про вогнебезпечність останніх.
3. Осади і розчини цінних речовин (йод, сріблота ін.) при підготовці до миття не можна викидати, їх необхідно зібрати в окремий посуд.
4. Концентровані розчини кислот і лугів, речовини, які погано пахнуть, хромову суміш не можна виливати в раковину. Їх необхідно зібрати в спеціально відведений посуд.
5. Посуд завжди повинен бути ретельно вимитий. Після любого виду очищення необхідно сполоснути посуд дистильованою водою.
6. При митті посуду необхідно дотримуватися правил техніки безпеки і санітарії.
7. При сушінні посуду необхідно слідкувати, щоб він не забруднювався.

Приготування азотнокислої хромової суміші, миття та сушіння посуду.

Розітріть товкачем у фарфоровій ступці $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Відважте 100г дрібнодисперсного $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ і розчиніть його в 0,5л концентрованої HNO_3 .

Сушка хімічного посуду

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

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

Методи холодної сушки

Сушка на кілочках. Це найпоширеніший спосіб сушки посуду. У лабораторії має бути спеціальна дошка з кілочками, яку зазвичай поміщають над раковиною для миття посуду (Рис. 42). Вимитий посуд надягають на ці кілочки і залишають

на них до тих пір, поки вона не висохне. Потрібно стежити за чистотою кілочків і протирати їх, оскільки на вологих кілочках легко утримується пил і випадкові забруднення.

Стіл для сушки посуду. Недоліком сушки на кілочках є можливість забруднення посуду. Тому в аналітичних лабораторіях, для яких чистота посуду є надзвичайно важливою умовою, краще користуватися столами для сушки (Рис.43). Це — звичайний стіл, в кришці якого прорізають круглі отвори (гнізда) різного діаметру. Вимитий посуд перекидають і поміщають в гніздо або над гніздом відповідного діаметру. Таким чином, внутрішня поверхня судини не може забруднюватися.



Рис.42. Дошка для висушування посуду



Рис.43 Стіл для сушки посуду

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

Методи сушки при нагріванні

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

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

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

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

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

Посуд при висушуванні в сушильній шафі не слід ставити вверх дном, оскільки це уповільнює випаровування пари води. Після сушки в сушильній шафі посуд відразу застосовувати не можна, йому потрібно спочатку дати остигнути. Таким чином, при митті і сушці посуду необхідно пам'ятати наступне:

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

12. По можливості слід механізувати процес миття хімічного посуду.
Для відмивання забруднень застосовують найбільш дешеві матеріали.

РОЗДІЛ III ЛАБОРАТОРНІ НАГРІВАЛЬНІ ПРИБЛАДИ

3.1. Щільність речовин. Аерометри. Їх характеристика

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

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

$$\rho = m / V$$

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

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

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



Рис. 44. Аерометр

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

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

Аерометр – це скляна трубка з розширенням, низ якого заповнений дробом або залитий ртуттю (рис.44). У вузькій частині аерометра є шкала з діленнями відносної щільності точністю до третього десяткового знаку. Найменше числове значення щільності вказаного вгорі, а найбільше – внизу, оскільки із зменшенням щільності розчину аерометр занурюється глибше. Для зручності роботи

випускаються набори ареометрів, які охоплюють весь спектр щільності рідин (Рис.45). Випускаються ареометри з вмонтованими термометрами.



Рис. 45.

Для визначення відносної щільності досліджувана рідина наливається в скляний циліндр без носика і бажано, без поділок, ємкістю і діаметром, що відповідають розмірам ареометра (Рис. 45). Ареометр повинен вільно плавати, не торкаючись стінок циліндра. Ареометр не випускають з рук до тих пір, поки не переконаються, що він не потонув, а плаває. Ареометр має бути в центрі циліндра, не торкаючись дна або стінок. Відлік ділень проводять по нижньому меніску рідини. Повторюють вимірювання ще двічі. Для цього, підвівши ареометр на 1-2 см, опускають його, чекаючи поки він зупиниться і проводять відлік.

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



Рис.46. Набір ареометрів

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

Щільність молока вимірюють лактоденситометрами.

3.2. Температура. Термометри, їх характеристика

Методи визначення температури речовин

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

Градус Кельвіна — одиниця вимірювання температури за термодинамічною температурною шкалою. Експериментальною крапкою репера для цієї шкали є потрійна точка води (температура рівноваги між трьома станами води — льодом, рідкою фазою і водяною парою. Температура потрійної точки води "на 0,01° До вище за температуру танення льоду, для неї встановлено значення 273,16°К (точно).

Для практичних вимірювань застосовують Міжнародну практичну шкалу 1948 р. Ця шкала заснована на шести постійних і відтворних температурах фазових перетворень (при нормальному тиску 101325 н/м²):

Кипіння кисню —182,97° З

Потрійна точка води +0,01° З

Кипіння води..... + 100° З

Кипіння сірки..... +444,6° З

Твердіння срібла.... +960,8° З

Твердіння золота.... + 1063,0° З

Температури по обох шкалах (термодинамічною і міжнародною практичною) виражаються в градусах Цельсія (°С) і градусах Кельвіна (°К) залежно від початку відліку (положення нуля) на шкалі. Співвідношення між градусами Кельвіна (Т) і Цельсія (t) по будь-якій з цих шкал

$$t = T - 273,15 \quad T = t + 273,15$$

Температура кипіння.

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

Простим приладом для вимірювання температури кипіння рідини є круглодонна з широким горлом колба на 50 мл, в яку наливають досліджувану рідину на ¼ об'єму. Колбу закривають пробкою зі вставленим в неї термометром і тонкою, заломленою догори, трубкою. Термометр має бути на поверхні. Пари рідини виходять через трубку. Спостереження ведуть 15 хвилин. За температуру

кипіння вважають ту мітку на термометрі, яка встановилася до моменту закипання. Якщо в рідині є домішки, то температура кипіння буде вища за табличні дані. Якщо тиск був нижчий 760 мм.рт. ст., то поправка: $t_1 = 0,038 (760 - P_{ат})$, а якщо вище, то поправка $t_2 = 0,038 / 760 - P_{ат}$.

Величину t_1 додають, а t_2 віднімають від практичного показника вимірювань.

Прилади для вимірювання температури

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

За принципом дії термометри можуть бути класифіковані на наступні групи:

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

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

3. Електричні, такі, що підрозділяються на:

а) термометри опору (болметри);

б) термоелектричні пірометри (термопари);

в) термістори (напівпровідники).

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

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

Дилатометричні термометри

У хімічних лабораторіях найчастіше застосовують дилатометричні термометри. Вони є скляними трубками з капіляром усередині і з резервуаром, заповненим, залежно від призначення, різними рідинами (рис.47).



Рис. 47 Дилатометричний термометр

Для вимірювання температур у відповідних інтервалах найчастіше застосовують наступні рідини:

Рідина, що заповнює термометр Ртуть Етиловий спирт Толуол
Пентан

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Потрібно стежити, щоб термометр завжди був чистим.

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

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

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

Рідинні термометри для низьких температур.

За допомогою ртутних термометрів можна вимірювати температуру не нижче -30°C , оскільки при $-38,9^{\circ}\text{C}$ ртуть замерзає.

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

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

Рідинні термометри дуже чутливі до зміни температури.

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

Потрібно запам'ятати правила користування з термометрами.

1. З термометрами, особливо спеціальними, слід поводитись дуже обережно; не можна нагрівати їх вище за максимальну температуру, вказану на шкалі.
2. Після роботи потрібно дати термометру поступово охолонути до кімнатної температури, очистити його і, поклавши у футляр, прибрати на місце.
3. Час від часу необхідно перевіряти правильність показів термометра.

При проведенні багатьох дослідницьких робіт буває необхідно дотримувати строгий температурний режим, що встановлюється особливими пристосуваннями. Візуальне спостереження за температурою протягом тривалого часу дуже втомливе і важке. Тому для реєстрації зміни температури застосовують спеціальні прилади, так звані термографи (рис.48).

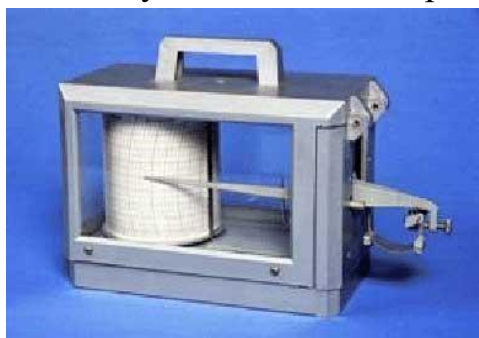


Рис .48. Термограф

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

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

3.3. Методи нагрівання

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

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

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

Голим полум'ям користуються переважно при прожаренні шамотних, фарфорових, платинових, нікелевих, залізних і інших металевих тиглів і кварцового посуду (рис. 49).



Рис. 49. Нагрівання на відкритому вогні.

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

При нагріванні хімічного посуду в більшості випадків користуються азбестовими сітками (рис.49) або шматком листового азбесту.

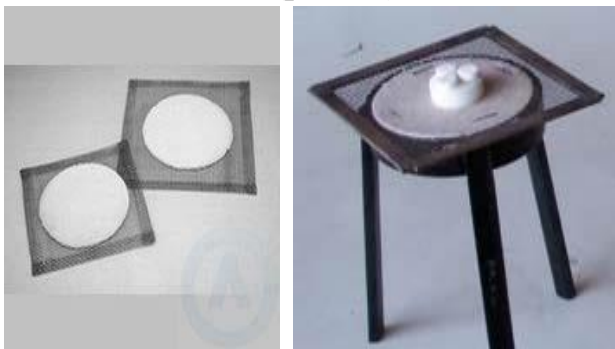


Рис. 50. Нагрівання через азбестову сітку.

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

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

Водяні бані (Рис.51). Водяні бані застосовують тільки в тих випадках, коли потрібне нагрівання не вище 100°C . Водяна баня дає м'яке нагрівання — це стакан, наповнений водою, або електрична водяна баня з регулятором рівня води.



Рис.51. Водяна баня з регулятором рівня води.

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

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

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

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

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

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

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

Якщо доводиться нагрівати вогнебезпечні речовини (ефір, спирт, ацетон, бензол і ін.), то в цих випадках спочатку нагрівають баню, потім пальник гасять і посудину, що нагрівається, з вогнебезпечною речовиною занурюють у воду. При випаровуванні ефіру воду потрібно нагрівати не вище $60\text{--}70^{\circ}\text{C}$ і посуд з

ефіром занурювати так, щоб рівень ефіру в посуді був на одному рівні з водою в бані. Цього ж правила потрібно дотримуватися при нагріванні і інших вогненебезпечних речовин.

Парові бані. Для нагрівання при температурах приблизно у 100°C іноді застосовують парові бані. Зазвичай парова баня є воронкоподібною посудиною, забезпеченою трубкою для підведення водяної пари і коліном для стоку конденсату; це коліно одночасно є гідравлічним затвором, що перешкоджає виходу пари (рис. 52). Під коліно парової бані потрібно ставити який-небудь посуд, в який стікатиме конденсат.



Рис. 52. Парова баня

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

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

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

Пісочні бані. Для обережного нагрівання до високої температури або для обережного прожарення досить часто користуються пісочними банями (рис.53). Для цього беруть по можливості чистий дрібний пісок і поміщають його на сковорідку або в сталеву чашку, насипаючи так, щоб вийшла пірамідка. У середину посудини з піском ставлять колбу, тигель і т. д., як мають бути занурені в пісок так, щоб він не торкався дна сковороди або чашки.



Рис.53. Пісочна баня

В пісок поміщають термометр. Свіжий пісок перед вживанням має бути добре прожарений .

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

Проводячи нагрівання, необхідно керуватися наступними основними правилами.

1. Перш ніж запалити пальник, що працює на рідкому паливі, треба переконатися, що він працює.

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

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

3. Діетиловий ефір, спирти, бензол, бензин, петролейний ефір і інші вогненебезпечні речовини не можна нагрівати безпосередньо на голому полум'ї, а обов'язково на водяній бані. При роботі з вогненебезпечними речовинами пальники мають бути погашені.

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

3.4. Прожарення

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

Нагрівання до високої температури проводять в муфельних печах (рис. 54) (в тиглях).



Рис. 54. Муфельна піч

Якщо доводиться що-небудь прожарювати у фарфоровому тиглі, то тигель нагрівають поступово: спочатку на невеликому полум'ї, потім полум'я поступово збільшують. Щоб уникнути втрат при прожаренні, тиглі зазвичай закривають кришками. Якщо в такому тиглі доводиться що-небудь озолити, то спочатку при слабкому нагріванні спалюють речовину у відкритому тиглі і вже після цього закривають тигель кришкою.

Якщо фарфоровий тигель після роботи забруднений усередині, то для очищення в нього наливають концентровану азотну кислоту або соляну кислоту і обережно нагрівають. Якщо азотна та соляна кислоти не видаляють забруднення, то беруть суміш в пропорції: азотна кислота — 1 об'єм і соляна кислота — 3 об'єми. Для нагрівання тигля його потрібно ставити у фарфоровий трикутник. Останній роблять з трьох насаджених на дріт фарфорових трубок. Трикутник слід брати таких розмірів, щоб тигель, вставлений в нього, видавався назовні не більше ніж на 1/3 висоти.

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

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

В більшості випадків роботи з тиглем останній має бути закритий кришкою на весь час роботи. Для спостереження за ходом прожарення або спалювання кришку періодично знімають за допомогою щипців для тиглів або пінцета. Після

закінчення прожарення або спалювання пальник відставляють або гасять, дають тиглю остигнути якийсь час, а потім поміщають його в ексикатор.

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

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

При прожаренні осаду в тиглі Гуча останній вставляють в звичайний, декілька більших розмірів фарфоровий тигель так, щоб стінки обох тиглів не стикалися. Для цього тигель Гуча обгортають смужкою зволоженого азбесту і, натискаючи, вдавлюють в запобіжний тигель так, щоб відстань між дном того і іншого дорівнювала декільком міліметрам. Спочатку разом висушують при 100°C, потім тигель Гуча виймають, а запобіжний тигель разом з азбестовим кільцем перед першим вживанням сильно прожарюють.

Декілька зауважень про роботи, пов'язані з нагріванням і прожаренням

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

3.5. Термостати

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

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

На рис. 55 зображений один з сучасних рідинних термостатів, температура в якому, підтримується з точністю до $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Терморегулятор працює від мережі змінного струму. Він може бути налаштований на чотири рівні температури, потрібна температура досягається швидко без якогонебудь додаткового регулювання.



Рис. 55. Рідинний термостат

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

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

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

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

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

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

Охолодження

Для охолодження найчастіше використовують воду і лід. Холодильники, що омиваються проточною водопровідною водою (рис. 56), забезпечують конденсацію розчинника при кип'яченні із зворотним холодильником, конденсацію дистилату — при перегонці.

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



Рис. 56. Холодильники.

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

Нагрівання

У деяких лабораторіях відсутнє підведення природного газу. У таких випадках користуються спиртівками (рис. 58).



Рис. 58. Спиртівка

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

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

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

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

РОЗДІЛ IV МЕТОДИ ОЧИЩЕННЯ РОЗЧИНІВ

4.1. Фільтрування

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

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

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

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

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

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

Іншим важливим чинником, що впливає на швидкість фільтрування, є тиск, під яким рідина проходить через фільтр (рис.59). Чим тиск вищий, тим швидше фільтрується рідина. Тому часто фільтрують під вакуумом або під тиском.

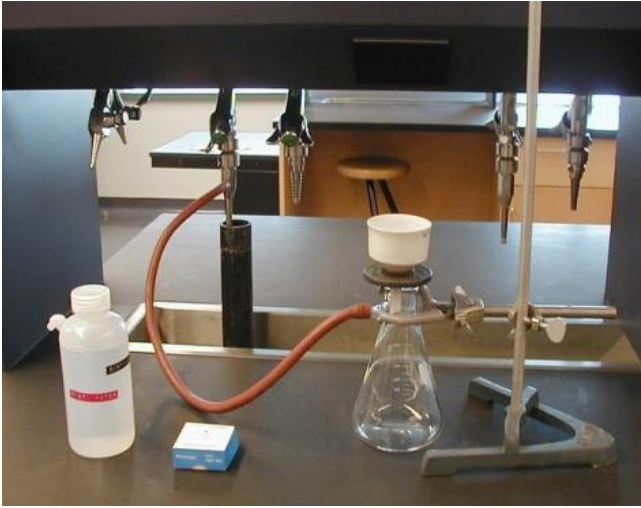


Рис. 59. Установа для фільтрування під тиском

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

Проте підвищення тиску не у всіх випадках прискорює фільтрування. При фільтруванні під тиском гелеподібних осадів процес спочатку йде швидко, потім все більше і більше сповільнюється і, нарешті, майже припиняється. Під дією підвищеного тиску осад щільно притискається до фільтру і пори останнього забиваються. Продовжувати фільтрування при цьому марно. У подібних випадках краще фільтрувати при звичайному тиску, не зважаючи на те, що на це піде багато часу.

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

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

Для фільтрування колоїдних розчинів застосовують також ультрафільтри або ультратонкі фільтри.

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

Утруднено фільтрування білкових і слизистих речовин. Фільтри із звичайного фільтрувального паперу для них не придатні. Якщо осад для роботи не потрібний і якщо середовище не лужне, прискорити процес фільтрування можна шляхом додавання дрібного кварцового піску і тому подібних матеріалів, які насипають в рідину, що підлягає фільтруванню. Перед фільтруванням рідину слід добре збовтати і вилити на фільтр, весь час струшуючи посуд з фільтрованою рідиною. При фільтруванні білків і слизів краще всього застосовувати шар целюлозної маси.

Фільтрувальні матеріали

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

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

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

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

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

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

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

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



Рис. 60. Фільтрувальний папір

Фільтрувальний папір часто продають в пачках по 100 штук (рис. 60), вже нарізаний колами різного діаметру (5,5; 7; 9; 11; 12,5 і 15 см), відповідно розміру лійок.

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

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

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

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

біла стрічка — папір середньої проникності (діаметр пор ~ 3 нм); **синя стрічка** — «баритові», щільні фільтри (діаметр пор ~ 1 — $2,5$ нм), призначені для фільтрування дрібнозернистих опадів; **жовта стрічка** — знежирені фільтри.

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

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

Особливий інтерес для фільтрування концентрованих кислот і лугів представляють фільтри з полівінілхлориду, флексолитові (політетрафторетиленові), політеніві (поліетиленові) і з деяких інших хімічно стійких пластиків. Всі ці види фільтрів застосовують, коли звичайні фільтри непридатні із-за їх чутливості до концентрованих кислот або лугів і деяким іншим агресивним рідинам. При фільтруванні органічних рідин або розчинів через органічні фільтри слід враховувати, що ці матеріали не завжди стійкі по відношенню до органічних розчинників і можуть або розчинятися в них, або ж набухати. Крім того, їх можна застосовувати тільки в певних межах температури, зазвичай не вище 100° С.

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

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

Складчастий фільтр (рис.61) краще простого в тому відношенні, що фільтрування з ним йде швидше, оскільки фільтрувальна поверхня складчастого фільтру удвічі більша, чим у простого фільтру.

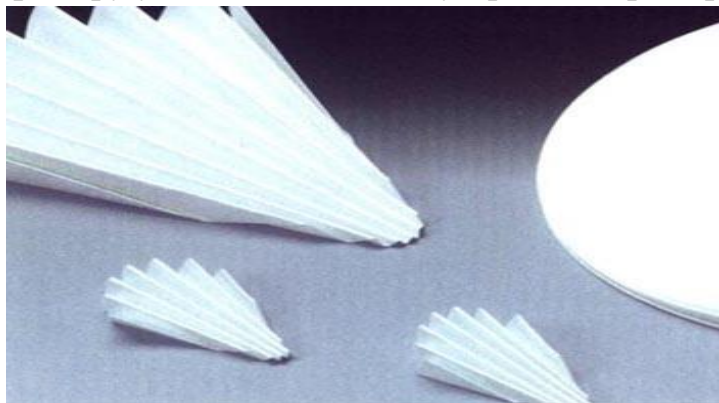


Рис. 61. Складчастий фільтр

Для виготовлення складчастого фільтру квадратний листок фільтрувального паперу потрібного розміру складають спочатку навпіл, а потім вчетверо і обрізають ножицями, як при приготуванні простого фільтру. Розгортають фільтр і праву чверть його згинають навпіл всередину; відгортають верхню восьмушку і знову складають її навпіл всередину; нарешті, отриману шістнадцяту частку фільтру знову складають навпіл назовні. Після цього за розміром отриманої часточки (1/2 фільтру) складають гармошкою весь фільтр,

розгортають його і вкладають у лійку. Потрібно прагнути, щоб складки фільтру не підходили впритул до його центру; інакше фільтрувальний папір в центрі фільтру зазвичай проривається.

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

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

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

Фільтрування при звичайному тиску

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

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

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

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

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

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

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

При фільтруванні, перш за все, необхідно дати час для осадження. Після цього обережно, не скаламучуючи осад, зливають на фільтр рідину, що відстоялася. Найзручніше це проводити за допомогою скляної палички.

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

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

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

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

Для виготовлення мацерованої паперової маси беззольні фільтри нарізають на дрібні шматочки, поміщають їх в конічну колбу і заливають 0,5 N. розчином соляної кислоти. Масу нагрівають до кипіння і додають дистильованої води і знову кип'ятять при постійному помішуванні скляною паличкою до тих пір, поки весь папір не перетвориться на однорідну волокнисту масу. Цю масу розбавляють водою і відмивають від кислоти, використовуючи лійки Бюхнера, до тих пір, поки промивні води не показуватимуть нейтральну реакцію. Пробу проводять за допомогою лакмусового паперу або, узявши піпеткою 10 мл промивної води, до неї додають одну краплю фенолфталеїну і одну-дві краплі 0,02 N. розчину NaOH. Якщо з'явилося рожеве забарвлення, це означатиме, що кислота відмита повністю. Якщо ж рожевого забарвлення не буде, масу ще промивають.

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

Мацерована паперова маса може зберігатися досить довго.

Фільтрування із застосуванням вакуумного насоса.

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

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

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

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

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

Для роботи з розрідженням можна застосовувати тільки перевірені колби Бунзена.

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

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

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

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

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

4.2. Промивання осадів

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

Промивання із застосуванням декантації. Декантація — зливання рідини з осаду, що відстоявся. Для декантації зручно застосовувати колби і стакани. Промивання із застосуванням декантації полягає в тому, що осад, який підлягає промиванню, заливають дистильованою водою, переважно гарячою, або спеціально приготованою промивною рідиною, збовтують за допомогою скляної палички, потім дають відстоятися. Рідину, що відстоялася, зібралася над осаду, обережно зливають за допомогою скляної палички на фільтр у лійці, але так, щоб осад залишався в колбі або стакані. До осаду, що залишився в посуді, знову доливають промивну воду і повторюють все, як вперше. Після третього або четвертого промивання перевіряють повноту відмивання. Для цього з кінчика лійки з останньої порції промивної води беруть декілька крапель на годинникове скло або в пробірку і перевіряють, чи містяться у взятій пробі відмивання іони.

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

надітий шматочок гумової трубки. Притискуючи папір цим кінцем, ретельно обтирають всю внутрішню поверхню посуду.

Фільтрувальний папір корисно змочити декількома краплями дистильованої води. Потім паличку також ретельно обтирають цим же шматочком фільтрувального паперу і промивають над воронкою з промивалки дистильованою водою. Шматочок фільтру, використаний для обтирання посуду і палички, приєднують до осаду. Така операція буває потрібна тільки при аналітичних роботах, коли осад потрібний для кількісного визначення якої-небудь речовини або елемента. Шляхом декантації вдається більш повно відмити осад від початкового розчину.

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

Промивання на фільтрі. Відфільтрований осад остаточно промивають на фільтрі. Промивання продовжують до тих пір, поки у фільтраті не виявлятиметься та речовина, яку відмивають. Наприклад, в осаді був сірчаноокислий барій, а в розчині хлористий натрій. Перша сіль практично нерозчинна у воді, а друга — розчинна. На фільтрі залишається сірчаноокислий барій, фільтрат же містить хлористий натрій, від якого потрібно відмити першу сіль, щоб отримати абсолютно чистий осад.

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

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

При промиванні осаду на фільтрі дотримуються наступних правил:

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

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

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

Звичайно, кількість вживаної для промивання рідини залежить від природи і стану осаду, що промивається. Для промивання некристалічних (так званих аморфних і драглистих) осадів потрібно більше рідини; час, необхідний для промивання таких осадів, також більше.

Про фільтруванні потрібно пам'ятати наступне:

1. Величина фільтру має бути відповідна до кількості осаду: чим менше випадає осаду, тим менше має бути фільтр, і навпаки.
2. Перш ніж перенести на фільтр осад, треба *два-три рази промити його* із застосуванням декантації і остаточно відмити на фільтрі.
3. Рівень фільтру у лійці має бути завжди нижче за край лійки; осад повинен займати не більше половини фільтру.
4. При роботі з важкими осадами треба користуватися конусом для фільтрування.
5. При фільтрову ванні дрібнодисперсних осадів слід користуватися особливо щільними фільтрами (барієвими).
6. Рідину зливати на фільтр завжди потрібно за допомогою скляної палички; рівень рідини не повинен доходити на 3—5 мм до краю фільтру.
7. Нагріта рідина фільтрується легше.
8. При промиванні осаду на фільтрі кожен свіжу порцію води або іншої рідини треба додавати тільки, коли попередня порція вже стікла достатньо повно; завжди зручніше промивати осад невеликими порціями води.
9. Прискорити фільтрування можна подовженням трубки лійки, застосуванням вакууму і лійки Бюхнера.
10. При складанні фільтру необхідно стежити, щоб не прорвалася його верхівка. Фільтр повинен щільно прилягати до стінки лійки, а кінець лійки при фільтруванні повинен торкатися стінки стакану.
11. Перед фільтруванням фільтр слід змочити у лійці тією рідиною, яка фільтруватиметься. Для змочування треба застосовувати тільки чисту рідину.
12. При фільтруванні вогнебезпечних рідин поряд не повинно бути відкритого полум'я пальника.
13. При фільтруванні під вакуумом треба стежити, щоб в колбі не збиралося дуже багато фільтрату. Не можна допускати, щоб він доходив до відростка, що сполучає колбу з вакуумом.
14. При збиранні приладу для фільтрування під вакуумом треба поміщати запобіжну склянку між колбою і вакуумом.
15. При роботі з фільтрами з пресованого скла не можна забивати їх так, щоб потім не можна було промити. Не можна очищати фільтри з пресованого скла розчинами лугів.

4.3. Центрифугування

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

Центрифуги бувають: відкриті (рис.62) і закриті (рис.63), з ручним і механічним, електричним приводом.



Рис. 62. Центрифуга відкрита

Рис. 63. Центрифуга лабораторна (закрита)



Рис. 63 а. Ротор для лабораторної центрифуги

Механічні закриті центрифуги (рис.63) зручніші, ніж ручні. Вони дають зазвичай 2000—3000 об/хв, дозволяють досягти досконалішого розділення рідини і твердої речовини. У клініках широко застосовуються лабораторні центрифуги.

Пробірки для центрифугування. Пробірки для центрифуг після наповнення рідиною повинні мати однакову масу. Для цього необхідно використовувати спеціальні центрифужні ваги, пристосовані для зважування (вірніше, урівноваження - тарування) пробірок (рис.64). У вказаних вагах чашки підвішують до коромисла за допомогою стрижнів, прикріплених до центру чашок. На цих стрижнях є кільця, в які вставляють пластикові стакани. Ваги врівноважують разом з пластиковими стаканами шляхом додавання шматочків фільтрувального паперу на чашки вагів.



Рис. 64. Центрифужні ваги

Зрівноваживши ваги, в пластикові стакани вставляють скляні центрифужні пробірки (рис.65).

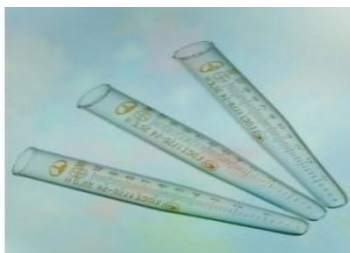


Рис. 65. Центрифужні пробірки

Досліджувану рідину, що підлягає центрифугуванню, наливають спершу в одну скляну пробірку (за допомогою, наприклад, піпетки), а потім в другу скляну пробірку, для рівноваги.

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

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

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

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

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

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

Такі центрифуги можуть мати декілька різних змінних роторів (мал.104а), що дозволяють вести центрифугування з різною швидкістю і з метою отримання субклітинних фракцій тканин тварин, дослідження мембран клітин крові і ін.

РОЗДІЛ V

ОСНОВНІ ПОНЯТТЯ ПРО РОЗЧИНИ

Більшість реактивів, які застосовуються для біохімічного аналізу рослин, використовуються у вигляді розчинів. Концентрації розчинів зазвичай виражають у вагових (для сипучих) та об'ємних (для рідин) відсотках, у молях і грамеквівалентах, які містяться у певній кількості розчину.

Позначення концентрацій речовин у хімічному аналізі

Розрізняють два типи позначень концентрацій речовин – *аналітичні і технічні*. Аналітичні позначення вживають для розчинів реагентів, застосовуваних у аналізі речовин. Як основну масову одиницю речовин використовують моль.

5.1. Аналітичні концентрації

Молярна концентрація (M) – число молів n розчиненої речовини, яке міститься в $1\ 000\ \text{см}^3$ або $1\ \text{дм}^3$ (л) розчину:

Молярна концентрація (MA) – число молів розчиненої речовини, яке приходить на $1\ \text{кг}$ розчинника:

Еквівалентна, або нормальна, концентрація (N) – число еквівалентів **не** розчиненої речовини, яке міститься у $1\ \text{дм}^3$ розчину:

Масова еквівалентність (масова нормальність) (XЭ). – число молів розчиненої речовини, яке приходить на $1\ \text{кг}$ розчинника (**qp**):

Рідше застосовують молярне співвідношення – кількість молів речовини, яке міститься у 100 молях розчинника; молярну частку – кількість молів речовини відносно загальної кількості молів розчину (у частках або у %); розведення – об'єм (у дм^3 розчину, який містить 1 моль або $1\ \text{кг}$ речовини). На практиці титриметричного аналізу для зручності розрахунків концентрацію виражають у виді титру розчину. *Титр* – маса розчиненої речовини у грамах, яка міститься в $1\ \text{см}^3$ розчину. Титр відповідності, або титр за речовиною, яка визначається, – маса речовини, що визначається, у грамах, яка взаємодіє з $1\ \text{см}^3$ цього розчину.

Технічні концентрації

Технічні позначення концентрацій широко поширені в техніці, медицині, фармації. Розглянемо найбільш уживані.

Масова процентна концентрація (%) – маса розчиненої речовини у грамах **qA**, що знаходиться у $100\ \text{г}$ розчину або суміші (**qp** – маса розчинника):

Об'ємна процентна концентрація (градус, %) – об'єм розчиненої речовини в кубічних сантиметрах V_A , що знаходиться в 100 см^3 розчину або суміші (V_p – об'єм розчинника):

Мас-об'ємна процентна концентрація (%) – маса речовини у грамах q_A , яка знаходиться у 100 см^3 розчину (V – об'єм розчину):

Рідше вживають масове співвідношення – масу речовини у грамах, що приходить на 1 г розчинника; масову частку – масу речовини у грамах у загальній масі суміші; масове розведення – масу суміші у грамах, що приходить на 1 г речовини.

Міліпроцентні концентрації – позначення концентрації в тисячних частках відсотка.

Найчастіше у біохімічному аналізі застосовуються процентні, молярні та нормальні (еквівалентні) концентрації розчинів.

5.2. Розрахунок наважок речовин для приготування розчинів

а) Розчини і концентрація

Розчином називається однорідна (гомогенна) суміш, що складається з розчиненої речовини, розчинника та продуктів взаємодії. В розчині молекули розчиненої речовини розподілені серед молекул розчинника.

Розчинники можуть бути водними та неводними. До розчинників належать полярні (спирт, ефір, ацетон) та неполярні (бензол, ксилол та інші органічні розчинники).

Концентрацією розчину називається кількість розчину речовини (вагова або об'ємна), що міститься в певній кількості розчину.

Концентрацію розчинів найчастіше показують в процентах (вагових, об'ємно-вагових або умовних об'ємних), в грам-молях, в грам-еквівалентах, а також в грамах на літр або на 100 мл розчинника.

Розчини, в яких при даних умовах не може відбутися далі розчинення речовини, називаються насиченими.

Концентрація, що відповідає насиченому розчину, називається розчинністю даної речовини. Вона визначається на 100 мл води.

б) Виготовлення процентних розчинів

Концентрація розчину у вагових процентах свідчить те, що певна вагова кількість речовини розчинена в 100г розчину, а не в 100мл розчинника. Розрахунок виготовлення процентного розчину ведуть так:

Завдання: Приготувати 60 г 20% розчину хлористого калію. В 100 г розчину повинно бути 20 г KCl , а в 60 г розчину - х.

Складаємо пропорцію:

100 г - 20

60 г - x

$$x = \frac{60 * 20}{100} = \frac{1200}{100} = 12\text{г}$$

Отже треба взяти 12 г КС1. Для визначення необхідної кількості води треба від загальної ваги розчину відняти вагу КС1:

$$60-12=48.$$

Тобто на 12 г КС1 треба взяти 48 г води. При виготовленні водних розчинів сухі реактиви зважують на вагах, а воду відмірюють циліндром або мензуркою, тому що питома вага води дорівнює 1. Багато хімічних речовин містять кристалізаційну воду і називаються кристалогідратами. Наприклад $\text{CuSO}_4 * 5\text{H}_2\text{O}$. При виготовленні розчинів з таких речовин треба враховувати кристалізаційну воду.

Завдання. Приготувати 1 кг 10% розчину сірчаноокислої міді з кристалогідрату $\text{CuSO}_4 * 5\text{H}_2\text{O}$. в перерахунку на безводну сіль. Для виготовлення 1 кг розчину треба взяти 100 г безводної солі. Молекулярна вага безводної солі $\text{CuSO}_4 * 5\text{H}_2\text{O}$. дорівнює 159,6 (160) г, молекулярна вага кристалогідрата $\text{CuSO}_4 * 5\text{H}_2\text{O}$ 249,7 (250) г. Складаємо пропорцію:

169-250

100-x

$$x = \frac{250 * 100}{160} = 156$$

Отже треба взяти 156 г $\text{CuSO}_4 * 5\text{H}_2\text{O}$ і 844 г H_2O
(1000 г - 156 г = 844 г).

При виготовленні розчинів, концентрація яких менша 1%, наважку речовини можна розчиняти в 100 мл води.

Наприклад, виготовляючи 0.5% розчин, 0.5 г речовини розчиняють в 100 мл води, а не в 99,5 мл, що приводить практично до незначної помилки.

При виготовленні розчинів за об'ємно-ваговими умовними процентами, наважку розчиняють у воді і доводять до 100 мл. При цьому в результаті різниці питомої ваги розчиненої речовини і води виникає деяке розходження з ваговими процентами, яке при високій концентрації може бути значним.

Об'ємні проценти застосовують при виготовленні розчинів рідин, наприклад з кислот чи аміаку. При цьому відповідний об'єм рідини розводять водою до 100 мл.

Після проведення відповідних розрахунків зважену речовину вміщують у колбу або стакан, приливають частину потрібної води, розчиняють в ній речовину, а потім доливають решту води і все ретельно перемішують.

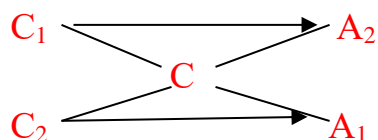
Для прискорення розчинення речовину до зважування треба подрібнити в фарфоровій ступці. Не рекомендується подрібнювати гігроскопічні речовини, тому що вони дуже легко поглинають вологу, а при збільшенні поверхні поглинання цей процес стає інтенсивнішим.

Іноді навіть добре подрібнена речовина погано змочується водою. В такому випадку порошок треба спочатку змочити спиртом (етилловим, метиловим), а вже потім доливати воду. Спирт можна застосовувати при розчиненні як органічних, так і неорганічних речовин при умові, що він не впливає на речовину або на її розчин.

Смолисті речовини розрізають ножом на шматочки і поступово розчиняють. Іноді для прискорення розчинення застосовують підігрів. При підігріві суміш треба помішувати. Цей спосіб використовують лише в тому разі, якщо речовина при нагріванні розкладається.

в) Об'ємні розведення. Правило "хреста"

Для виготовлення процентних розчинів шляхом розведення міцних розчинів розчинником або шляхом змішування розчинів різної концентрації зручно користуватися так званим "правилом хреста", яке можна показати у вигляді такої схеми:



де C — концентрація, яку треба одержати;

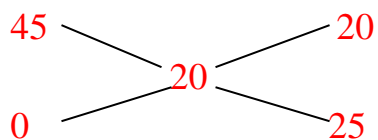
C_1 - концентрація міцного розчину;

C_2 - концентрація слабкого розчину, що використовується для розведення;

$A_1 - C_1 - C$ - об'єм слабкого розчину (або води, якщо розведення водою), який треба взяти для розведення;

$A_2 - C - C_2$ - об'єм міцного розчину, який розводять.

Завдання 1: Приготувати 20% розчин сірчаної кислоти розведенням 45% її розчину водою.

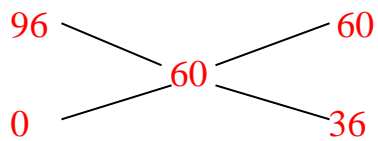


$$(20 - 20 = 0) \quad (45 - 20 = 25)$$

Для одержання 20% розчину кислоти треба взяти 20 мл 45% розчину і 25 мл води.

Користуючись цим правилом, можна виготовити процентні розчини будь-яких речовин, враховуючи їх питому вагу.

Завдання 2: Приготувати 60% спирт з 96% шляхом розведення його дистильованою водою. Записуємо:

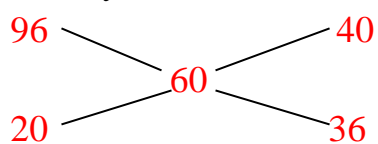


$$(60 - 0 = 60) \quad (96 - 60 = 36)$$

Тобто треба взяти 60 мл 96% спирту і додати 36 мл дистильованої води.

Завдання 3: Приготувати 60% спиртовий розчин з двох спиртів - 96% і 40% концентрацій.

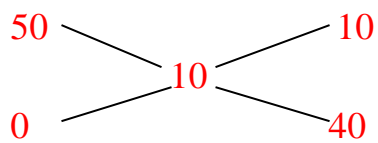
Записуємо:



$$(60 - 40 = 20) \quad (96 - 60 = 36)$$

Тобто треба взяти 20 мл 96% спирту, додати до нього 36 мл 40%.

Завдання 4: Приготувати 10% розчин NaOH з 50% розчину, питома вага якого 1,53.



$$(10 - 0 = 10) \quad (50 - 10 = 40)$$

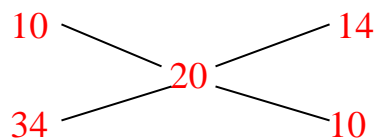
Враховуючи питому вагу, переводимо вагові одиниці в об'ємні:

$$10 : 1,53 = 6,5 \text{ мл.}$$

$$40 : 1 = 40 \text{ мл.}$$

Таким чином, щоб виготовити 10% розчин NaOH, треба взяти 6,5 мл 50% розчину, розбавити його 40 мл води.

Завдання 5: 30% розчин NaOH з питоною вагою 1,332. Необхідно приготувати 50% розчин додаванням сухого NaOH. Чистота приймається за 65%.



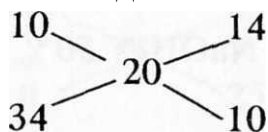
Враховуючи питому вагу 30% розчину, переводимо вагові одиниці в об'ємні:

$$15 : 1,38 = 11,2.$$

Таким чином, щоб одержати 50% розчин NaOH, треба до 11,2 мл 30% розчину NaOH додати 20 г сухого NaOH.

Завдання б: Є два розчини соляної кислоти: 10% розчин з питомою вагою 1,047 і 34% розчин з питомою вагою 1,169.

Необхідно виготовити 20% розчин HCl.



Таким чином, щоб одержати 20% розчин, на кожні 14: 1,047 = 13,4 мл 10% розчину HCl треба додати

$$10: 1,169 = 8,5 \text{ мл}$$

34% розчину HCl.

г) Молярні розчини

Модем або грам-молекулою називається вагова кількість речовини в грамах, яка дорівнює її молекулярній вазі. Молярність позначається літерою М.

Молярним називається розчин, що містить в одному літрі одну грам-молекулу або один моль розчиненої речовини.

Для виготовлення одномолярного розчину зважують на аналітичних терезах в чистому і сухому бюксі або на часовому склі точну наважку, рівну грам-молекулярній вазі речовини, і невеликими порціями пересипають її через лійку з вкороченою трубкою в чисту мірну колбу на 1 л. Щоб речовина не затримувалась в трубці лійки, її до зважування подрібнюють в ступці.

Декілька разів бюкс, а потім і лійку змивають дистильованою водою з промивалки.

Якщо речовина розчинилась при нагріванні, то розчин перед доведенням до мітки охолоджують до 20°C. При доведенні об'єму розчину до міток останні порції води доливають по краплям. Після наповнення колби водою розчин добре перемішують.

Завдання: Треба виготовити 0,5 л 0,1 М розчину двоохромового кислого калію $K_2Cr_2O_7$

$$2K-39,1 * 2 = 78,2$$

$$Cr_2-52,01 * 2 = 104,02$$

$$7O - 16,00 * 7 = 112,00$$

Мол. вага $K_2Cr_2O_7 = 294,22$.

Для виготовлення 1 л 0,1 М розчину треба взяти 0,1 грам-молекулу, тобто $294,22 * 0,61 = 29,422$ г $K_2Cr_2O_7$. Потрібну кількість грамів $K_2Cr_2O_7$ для виготовлення 0,5 л розчину одержуємо, коли помножимо знайдену наважку на 0,5 л, тобто $29,422 * 0,5 = 14,711$ г. Потім 14,711 г $K_2Cr_2O_7$ пересипають в мірну

колбу на 500 мл, після розчинення солі розчин доводять водою до мітки і добре перемішують.

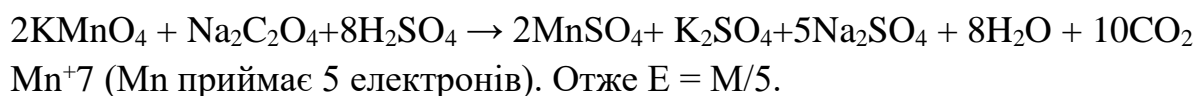
д) *Нормальні розчини*

Нормальним називається розчин, що містить в 1 л 1 г-екв. розчиненої речовини. Нормальність позначається літерою н.

Еквівалентом речовини називається вагова кількість її, яка може в хімічних реакціях приєднувати або заміщати одну (точніше 1,008) вагову частину водню або 8 вагових частин кисню.

Кількість речовини в грамах, що дорівнює його еквіваленту, називається грам-еквівалентом і позначається літерою Е.

Еквівалент кислоти дорівнює її молекулярній вазі, поділеній на основність. Еквівалент лугу дорівнює молекулярній вазі, поділеній на число гідроксильних груп. Еквівалент солі дорівнює її молекулярній вазі, поділеній на число атомів металу, що знаходиться в солі, і на валентність цього металу. В окисно-відновних реакціях еквівалент речовини знаходять діленням молекулярної ваги на число електронів, що віддаються або приймаються молекулою речовини в даній реакції:



Виготовлення нормальних розчинів аналогічне виготовленню молярних. Різниця полягає в тому, що в 1 л розчину розчиняють не грам-молекулу, а грам-еквівалент речовини.

Завдання. Треба виготовити 250 мл 0.1 н. розчину оксалатної кислоти (Молекулярна вага кристалогідрату кислоти дорівнює 126,070. Грам-еквівалент дорівнює

$$126,070:2 = 63,035.$$

Для виготовлення 1 л 0,1 н. розчину потрібно

$$63,035 * 0,1 = 6,3035 \text{ г.}$$

оксалатної кислоти. Для виготовлення 250 мл потрібно

$$(6,3035 * 250)/1000 = 1,5759 \text{ г.}$$

Наважку 1,5759 г вміщують в мірну колбу на 250 мл, розчиняють її, доводять об'єм до мітки і перемішують.

Практично дуже важко взяти на аналітичних терезах наважку з точністю до четвертого знаку, тому що операція пов'язана з численним додаванням речовини або відніманням її, неодноразовим зважуванням, що забирає багато часу. Крім того, багато речовин змінюються на повітрі: втрачають

кристалізаційну воду, поглинають вуглекислий газ або вологу з повітря. Таким чином довготривале зважування призводить до великої помилки.

Практично нема потреби зважувати точно вираховану наважку. Звичайно беруть наважку близьку до вирахованої з точністю до другого або до сотої долі знаку. А на аналітичних терезах зважують її з точністю до четвертого знаку і розчиняють в потрібному об'ємі води. Вона не буде дорівнювати точно 0,1 або 0,01 н., що створить деякі утруднення при дальших розрахунках. Але це цілком виправдовує себе економією часу при зважуванні.

Припустимо, вага оксалатної кислоти дорівнювала 1,5794 г (а не 1,5759).

Розраховуємо нормальність цього розчину. Для цього знаходимо число грамів оксалатної кислоти, яке було б в 1 л розчину

$$250: 1,5794 = 1000 : x; \quad x = (1,5794 \cdot 1000) / 250 = 6,3176 \text{ г.}$$

Грам-еквівалент оксалатної кислоти дорівнює 63,035.

Нормальність розчину знаходимо діленням числа грамів кислоти, що знаходиться в 1 л розчину, на її грам-еквівалент.

$$n = 6,3176 / 63,035 = 0,10022.$$

0,01 або 0,001 н. розчини готують шляхом розведення в 10 разів відповідно 0,1 або 0,01 н. розчинів.

Для цього відбирають піпеткою, наприклад, 50 мл 0,1 н. розчину і переносять в мірну колбу на 500 мл, розводять водою до 500 мл, добре перемішують і таким чином одержують 0,01 н. розчин.

е) Виготовлення розчинів з фіксаналів

Фіксанал — це точно зважена кількість реактива або його розчину, яка запаена в скляну ампулу. На кожній ампулі є позначення формули речовини і її кількості — 0,1 або 0,01 г-екв.

Кількісне перенесення і розчинення вмісту ампули в мірній колбі на 1 л дає точно 0,1 або 0,01 н. розчин.

Для виготовлення розчинів з фіксаналу спочатку теплою водою обмивають ампулу від штемпеля (або етикетки), потім змивають дистильованою водою.

В звичайну хімічну лійку вміщують загостреним кінцем догори бойок, який майже завжди додається до коробки з фіксаналами. Лійку з бійком вставляють в горло мірної колби на 1 л. Ампулу з фіксаналами опускають так, щоб тонке дно її (заглиблення) розбивалось гострим кінцем бійка. Після цього другим бійком розбивають верхнє заглиблення ампули. Вміст ампули при цьому перетікає або пересипається в мірну колбу. Ампулу промивають, не міняючи її положення з промивалки дистильованою водою не менше 6 раз. Речовина в колбі перемішується, розчиняється у воді і об'єм доводиться до мітки.

Колбу закривають пробкою і добре перемішують її вміст.

Фіксанали лугів можуть зберігатися не більше 6 місяців, тому що при довготривалому зберіганні вони забруднюються продуктами вилугування скла.

Фіксанали кислот та солей можуть зберігатися необмежено довго.

При користуванні фіксаналом 0,1 н. йоду, необхідно перед розкриванням ампули засипати в мірну колбу 30-40 г йодистого калію. Якщо вміст ампул складає 0,01 г-екв. йоду, то тоді йодистий калій додавати не обов'язково, для розчинення йоду достатньо тієї кількості йодистого калію, що є в ампулі.

ж) Визначення питомої ваги розчинів

Питомою вагою називається величина, що показує у скільки разів вага даної рідини більша або менша за вагу води, взятої в такому ж об'ємі. За цим показником можна визначити концентрацію різних речовин в процентах, використовуючи відповідні таблиці.

Для визначення питомої ваги розчинів та рідин користуються приладом, що зветься ареометром. Це скляна трубка донизу розширена, яка закінчується скляною кулькою, заповненою дробом або живим сріблом. У верхній вузькій частині ареометра є шкала з поділками.

Для визначення питомої ваги ареометр занурюють в рідину. За законом Архімеда, чим менша питома вага рідини, тим глибше занурюється в ній ареометр. Тому рахунок поділок шкали ареометра завжди йде з верху до низу. Питому вагу на ареометрі можна визначити з точністю до третього знаку після коми.

Питома вага розчинів може бути більшою або меншою одиниці, тому ареометри виготовляють з різним положенням одиниці на шкалі (вгорі або внизу). В найточніших ареометрах шкала охоплює значення питомої ваги в межах 0,2-0,4 одиниці (наприклад, від 0,800 до 1,000; від 1,000 до 1,200 і т.п.). Такі ареометри продаються в наборі, який дозволяє визначити питому вагу в широкому інтервалі. Іноді ареометр має термометр, за допомогою якого встановлюють температуру розчину.

Для визначення питомої ваги спирту застосовують ареометри спеціального призначення - спиртометри.

Визначення питомої ваги ареометром проводять у високому циліндрі, місткість якого не менша 0,5 л. В циліндр наливають досліджуваний розчин, приблизно на 3/4 його об'єму, і обережно занурюють ареометр, тримаючи його в руках, доки не переконаються, що він плаває. Ареометр не повинен торкатися стінок циліндра, тому що внаслідок утворення меніска дає неточні показники .

Не можна також, щоб ареометр торкався дна циліндра. Відрахунки проводять по шкалі ареометра на рівні верхнього краю меніска рідини. Знаючи питому вагу рідини, по таблицях довідника знаходять її концентрацію.

Якщо в таблиці нема цифри, що точно відповідає відрахунку по шкалі ареометра, то процентний вміст розчиненої речовини вираховується методом інтерполяції по двох величинах.

Наприклад, питома вага розчину NaOH дорівнює 1,248. Треба визначити процент речовини в розчині. По таблиці знаходимо значення питомої ваги близької до 1,248 (більше і менше) та відповідний їй процентний вміст NaOH.

Знаходимо їх різницю

$$1,250 - 22,6\%$$

$$1,245 - 22,4\%$$

$$0,005 - 0,4\%$$

Таким чином, при збільшенні питомої ваги розчину на 0,005 процентний вміст NaOH збільшується на 0,4 %. Знайдена нами питома вага менша від більшої табличної величини на $1,250 - 1,248 = 0,002$. Складаємо пропорцію

$$0,005 : 4 = 0,002 : x,$$

отже

$$x = (0,4 * 0,002) / 0,005 = 0,16\%.$$

Віднімаючи цю величину з процентного вмісту NaOH, що відповідає більшій табличній величині питомої ваги, знаходимо правильну величину процентного вмісту NaOH в розчині:

$$22,8\% - 0,16\% = 22,04\%.$$

Інтерполяцію можна застосувати тільки в тих випадках, коли розчини не дуже концентровані і зміни процентного вмісту речовини прямо пропорційні змінам питомої ваги. Для дуже концентрованих розчинів треба користуватися дрібнішими таблицями, з меншими інтервалами в значеннях.

Визначення відносної густини можна проводити з допомогою пікнометрів з точністю до четвертого знаку. Для визначення відносної густини спочатку зважують пустий висушений пікнометр, потім зважують його з водою, а потім з дослідною рідиною і знаходять вагу рівних об'ємів дослідної рідини і води. Складають відношення цих ваг і одержують значення відносної густини (d).

Наприклад, P - вага пустого пікнометра, P_1 — вага пікнометра з дослідною рідиною, P_2 — вага пікнометра з водою. Тоді відносна густина рідини дорівнює:

$$d = (P_1 - P) / (P_2 - P)$$

де $(P_1 - P)$ і $(P_2 - P)$ відповідає вазі дослідної рідини і води в об'ємі пікнометра. Всі зважування проводять на аналітичній вазі з точністю до 0,0001 г.

Для визначення відносної щільності твердих речовин використовують пікнометри, що називаються волюметрами. Найбільш простим в користуванні є волюметр з поділками типу мірної колби. В нього наливають керосин, бензин або іншу рідину, що змочує тверду речовину, щільність якої визначають. Рівень рідини, після доведення її до стандартної температури 20°C, повинен знаходитись на нижній нульовій поділці. Потім у волюметр насипають точну наважку подрібненої речовини і вміст колби збовтують, щоб рідина змила з внутрішнього боку горла колби всі тверді частинки. Після цього волюметр ставлять в термостат, витримують 20 хвилин і потім відмічають рівень рідини. За різницею рівнів рідини після і до насипання дослідної речовини визначають об'єм взятої наважки. Щільність твердої речовини визначають поділом ваги взятої наважки на знайдений об'єм.

з) Виготовлення розчинів для об'ємного аналізу

В об'ємному аналізі застосовують титровані розчини.

Титром називають кількість речовини в грамах, що міститься в 1 мл розчину. Титр позначається буквою Т.

Наприклад, є розчин NaOH, 1 мл якого містить 0,004092 г NaOH; титр такого розчину:

$$T_{\text{NaOH}} = 0,004092 \text{ г/мл.}$$

Для виготовлення титрованих розчинів беруть точну наважку речовини, розчиняють її в мірній колбі і розбавляють водою до мітки. Знаючи вагу речовини (в г) та об'єм одержаного розчину (в мл), вираховують титр діленням ваги на об'єм:

$$T = (q/V) \text{ г/мл.}$$

Але в практиці не завжди можна встановити точний титр розчину за вищевказаною формулою. Наприклад, ми виготовляємо розчин *соляної* кислоти HCl або лугу (NaOH). Оскільки точна концентрація HCl в *розчині кислоти* невідома, то навіть при точній наважці не можна розрахувати скільки грамів HCl вона має. NaOH *інтенсивно* поглинає CO₂ та *вологу*, тому *кількість* цієї речовини в наважці *ніколи* не можна знати точно.

Для виготовлення титрованих розчинів, виходячи з точної *наважки* речовини, треба щоб ця речовина відповідала таким вимогам:

- 1) Речовина повинна бути хімічно чистою.
- 2) Склад речовини повинен відповідати її хімічній формулі.
- 3) Речовина повинна бути *стійкою* при зберіганні на повітрі в твердому стані або в розчині.

4) *Бажано, щоб речовина мала якомога більшу еквівалентну вагу; в цьому випадку порівняно велика наважка зменшує відносну помилку зважування.*

Якщо речовина не відповідає цим вимогам, то спочатку готують розчин приблизно потрібної концентрації. Разом з цим готують титрований розчин іншої речовини (дуже зручно в таких випадках використовувати розчини, виготовлені з фіксаналів), який використовують для встановлення титру першого розчину.

В аналітичній практиці часто користуються децинормальними (0,1 н.), п'ятисантинормальними (0,05 н.), двосантинормальними (0,02 н.) та сантинормальними (0,01 н.) розчинами.

Зручність користування розчинами однакової концентрації полягає в тому, що в такому випадку реакція проходить між рівними об'ємами розчинів, тому що при хімічних реакціях речовини взаємодіють одна з одною в еквівалентних кількостях.

Наприклад, на титрування 20 мл 0,1 н. розчину лугу повинно піти 20 мл 0,1 н. розчину кислоти. Якщо ж нормальність розчинів різна, то витрата розчинів при титруванні буде обернено пропорційна їх нормальності. Наприклад, на титрування 20 мл 0,1 н. розчину лугу піде 10 мл 0,2 н. розчину кислоти.

Добуток об'єму розчину на його нормальність - величина постійна для обох реагуючих речовин.

Виходячи з цього рівняння, легко знайти невідому нормальність розчину за відомою нормальністю другого розчину та об'ємами обох розчинів.

Для встановлення титру речовин шляхом титрування визначають коефіцієнт нормальності (К), який є відношенням титру виготовленого розчину до титру теоретично точного розчину тієї ж нормальності:

$$K = \frac{T}{T_0}$$

Якщо об'єми розчинів реагуючих речовин обернено пропорційні їх концентраціям (титрам), $\frac{V_0}{V} = \frac{T}{T_0}$,

то коефіцієнт нормальності можна визначати так:

$$K = V_0/V$$

Коефіцієнт нормальності (скорочено "поправка до титру") позначається буквою К з індексом робочого розчину, наприклад: $K_{\text{KMnO}_4} = 0,96$.

"Поправка" показує, у скільки разів нормальність даного розчину більша або менша теоретичної його нормальності.

Для того, щоб вирахувати титр розчину за його нормальністю, треба помножити нормальність на еквівалент речовини і поділити на 100. Якщо розчин

неточної нормальності, то нормальність спочатку треба помножити на коефіцієнт нормальності.

ж) Виготовлення титрованих розчинів

Розв'язування задач

Завдання 1. Приготувати 0,1 н. розчин NaOH і встановити його титр по щавелевій кислоті. *Хід роботи.*

- 1) Готують 250 мл 0,1 н. розчину . NaOH.
- 2) Готують 250 мл 0,1 н. розчину $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$,
- 3) Визначають поправочний коефіцієнт. Для цього в конічну колбочку піпеткою беруть 25 мл розчину щавелевої кислоти, додають 2-3 краплі 1 % розчину фенолфталеїну і титрують розчином лугу до появи рожевого кольору. Титрують три *проби* і беруть середнє визначення. За формулою вираховують поправочний коефіцієнт (К):

$$K = V/V_1$$

де V - об'єм *точно нормального* розчину щавелевої кислоти;

V_1 - об'єм *приблизно нормального* розчину лугу.

4) Обчислюють титр 0,1 н. розчину лугу. Для цього теоретичний титр треба множити на поправочний коефіцієнт.

Завдання 2. Приготувати 0.5 н. розчин сірчаної кислоти і встановити його титр по бурі ($Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O$) Як індикатор використовують метилоранж.

Хід роботи. Аналогічний першому завданню.

Завдання 3. Розв'язати задачі:

1. На титрування 25 мл розчину сірчаної кислоти невідомої концентрації пішло 75 мл 0,2 н. розчину лугу. *Яка* нормальність розчину сірчаної кислоти і його концентрація в г/л?
2. 10 г NaOH міститься в 1 л розчину. *Яка* нормальність розчину?
3. Скільки грамів сірчаної кислоти міститься в 400 мл її 1,2 н. розчину?
4. *Якої* нормальності розчин $KMnO_4$, якщо в 3л розчинено 10 г?
5. В якому об'ємі потрібно розчинити 2,925 г NaOH, щоб одержати 0,01 н. розчин?
6. *Якої* нормальності розчин $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$, якщо в 5 л розчинено 3,1515 г речовини?
7. Розрахуйте наважку соди (Na_2CO_3), потрібну для приготування 500 мл 0,1 н. розчину?
8. Скільки грам-еквівалентів Na_2CO_3 міститься в 200 мл 0,05 н. розчину?
9. Титр розчину бури $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ - 0,0095 г/мл. Визначте нормальність цього розчину.

- 10.0,8 г щавелевої кислоти міститься в 1000 мл розчину. Визначте нормальність і титр цього розчину.
11. Скільки грам-еквівалентів і грамів сірчаної кислоти міститься в 500 мл 0,052 н. її розчину?
12. Скільки грам-еквівалентів хлористого водню міститься в 500 мл 10% розчину соляної кислоти, густина якого 1,05?
13. У 300 мл розчину міститься 0,05 г-екв соди. Розрахуйте нормальність і титр цього розчину.
14. У 400 мл розчину сірчаної кислоти міститься 4,9 г H_2SO_4 . Визначте молярність і нормальність.
15. Для приготування титрованого розчину бури взяли наважку 2,2462 г $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ розчинили її в мірній колбі місткістю 150 мл і розбавили розчин водою до риски. Обчисліть титр і нормальність добутого розчину ($E Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 190,69 г).
16. Скільки мілілітрів розчину HCl з густиною 1,040 потрібно для титрування 1 л 0,1 н. розчину (процентний вміст кислоти знайдіть за таблицею).
17. Скільки мілілітрів розчину H_2SO_4 з густиною 1,04 потрібно, щоб приготувати 3 л 0,025 н. розчину?
18. Скільки мілілітрів 0,05 н. розчину лугу можна приготувати з 500 мл його 0,1 н. розчину?
19. Скільки мілілітрів 0,1 н. сірчаної кислоти потрібно, щоб приготувати 1 л 0,025 н. її розчину?
20. Яка нормальність 18 % розчину сірчаної кислоти?
21. Скільки грамів і грам-еквівалентів їдкого калію міститься в 250 мл 0,1 н. розчину?
22. На титрування 15 мл розчину бури, титр якої дорівнює 0,0189 г/мл, витрачено 16,2 мл розчину сірчаної кислоти. Визначте нормальність і титр розчину кислоти.
23. На титрування 20 мл 0,1 н. розчину соляної кислоти витрачено 18,8 мл розчину їдкого калію. Розрахуйте нормальність і титр розчину їдкого калію.
24. На титрування розчину щавелевої кислоти ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) витрачено 25,2 мл 0,05 н. розчину їдкого натру. Скільки грам-еквівалентів і грамів щавелевої кислоти було в розчині?
25. Для нейтралізації 25,0 мл 0,1 н. $NaOH$ потрібно 25,0 мл розчину соляної кислоти. Яка нормальність розчину соляної кислоти?
26. При добавлянні $BaCl_2$ до 50,00 мл розчину H_2SO_4 виділилось 0,300 г BaO_4 . Вирахуйте нормальність сірчаної кислоти.

27. Яку кількість безводного вуглекислого натрію треба взяти, щоб виготовити 3 л 0,2 н. розчину?

5.3. Ознайомлення з способами виготовлення розчинів індикаторів

Індикатори, що широко використовуються

1. *Тімолловий синій* (тімолсульфоталеїн). Коричнево-зелений або червоно-фіолетовий кристалічний порошок. Нерозчинний у воді. Розчиняється в спирті (розчин має жовте забарвлення), а також в розведених лугах (розчин *синього* кольору).

Має дві зони переходу: в інтервалі рН 1,2-3,8 перехід забарвлення від червоного до жовтого; в інтервалі рН 8,0-9,6 - від жовтого до синього.

Виготовлення: 1) 0,1 г індикатора розчиняють в 20 мл спирту і додають 80 мл води; 2) 0,1 г розчиняють в 100 мл води, що містить 2,15 мл 0,1 н. розчину NaOH.

2. *Метилловий оранжевий* (метилоранж). Оранжево-жовті листочки або порошок.

Розчинність у воді: 0,2 г в 100 мл при 20°C. Нерозчинний в спирті. Зона переходу рН 3,0-4,4. Перехід забарвлення від червоного до жовтого.

Виготовлення: 0,1 г індикатора розчиняють в 100 мл води.

3. *Метилловий червоний* (метилрот). Блискучі темно-фіолетові кристали або червоно-бурий порошок. Нерозчинний у воді, розчиняється в спирті, розчин бурого кольору. Зона переходу рН 4,2-6,2. Перехід забарвлення від червоного до жовтого.

Виготовлення: 0,2 г індикатора розчиняють в 60 мл спирту і розбавляють 40 мл води.

4. *Лакмус*. Синьо-фіолетові куски або порошок. Розчинний у воді та спирті, утворює сині розчини. Зона переходу рН 5,0-8,0. Перехід забарвлення від рожевого до синього.

Виготовлення: 1,0 г лакмуса настоюють в 100 мл води, потім фільтрують.

5. *Фенолфталеїн*. Білий або злегка жовтуватий дрібнокристалічний порошок. Розчинність у воді 0,2 г при 20°C, у спирті - 20 г, в ефірі - 5,9 г. Розчинний в розчинах лугів та вуглекислих солей лужних металів. Зона переходу рН 8,2—10,0. Перехід забарвлення від безкольорового до рожевого (малинового).

Виготовлення: 1 г фенолфталеїну розчиняють в 70 мл спирту і доливають 30 мл води.

7. *Тімолфталейн*. Білий кристалічний порошок. Нерозчинний у воді. Розчинний у спирті, ацетоні та сірчаній кислоті, а також в розчинах лугів. Зона переходу рН 9,4-10,0. Перехід забарвлення від безкольорового до синього.

Виготовлення: 0,1 г індикатора розчиняють в 100 мл спирту.

7. *Метилловий жовтий*. Зона переходу рН 2,9-4,0 від червоного до жовтого.

Виготовлення: 0,04 г індикатора розчиняють в 100 мл етилового спирту.

8. *Конго червоне (конгорот)*. Зона переходу рН 3,0-5,2 від синього до червоного.

Виготовлення: 0,1 г індикатора розчиняють в 100 мл гарячої дистильованої води.

9. *Нейтральний червоний*. Зона переходу рН 6,8-8,0 від червоного до янтарно-жовтого.

Виготовлення: 0,1 г індикатора розчиняють в 100 мл 60° спирту.

10. *Бромфеноловий синій*. Зона переходу рН 3,0-4,6 від жовтого до синього.

Виготовлення: 0,1 г індикатора розчиняють в 100 мл гарячої дистильованої води.

11. *Бромтимоловий синій*. Зона переходу рН 6,0—7,6 від жовтого до синього.

Виготовлення: 0,1 г індикатора розчиняють в 100 мл гарячої води.

12. *Лакмус*. Зона переходу рН 5,0-8,0 від червоного до синього.

Виготовлення: 0,1 г індикатора розчиняють в 100 мл гарячої води.

13. *Бромкрезоловий зелений*. Зона переходу рН 3,8—5,4 від жовтого до синього.

Виготовлення: 0,1 г індикатора розчиняють в 100 мл дистильованої води.

РОЗДІЛ VI ПРАВИЛА РОБОТИ НА АНАЛІТИЧНИХ ПРИЛАДАХ

6.1. Правила зважування на аналітичних терезах

Усі виміри в хімічному аналізі проводяться за допомогою аналітичних приладів і мірчого посуду. Правильність і відтворюваність аналітичних приладів і вимірників істотно впливає на адекватність результатів хімічного аналізу дійсним даним.

Основним аналітичним приладом є лабораторні технічні і лабораторні аналітичні терези. Лабораторні технічні терези призначені для виміру маси тіл і випускаються чотирьох класів точності. Розрізняють терези з рівноплечим коромислом і двома чашками й одноплечі – з одною чашкою і противагою-квадрантом. На рівноплечих терезах вантаж на одній чашці врівноважується гирями, які приміщують на другу чашку до зрівноважування. На одноплечих терезах вантаж, покладений на чашку, компенсують зняттям із плеча відповідної кількості вантажів, які знаходилися на ньому. Це здійснюється напівавтоматично за допомогою спеціального дискового пристрою. Лабораторні технічні терези використовують для зважування наважок, які не потребують високої точності.

Лабораторні аналітичні терези мають, порівняно з технічними, підвищену чутливість і точність. Існує кілька типів аналітичних терезів за розмірами граничного навантаження і точності; великовантажні (до 1 000 г; точність 1 мг), аналітичні (до 100–200 г; 0,1 мг), напівмікроаналітичні (до 50–100 г; 0,01 мг), мікроаналітичні (до 20–30 г; 0,001 мг), ультрамікроаналітичні (до 0,01 г; 0,00001 мг).

За конструкцією розрізняють кілька типів аналітичних терез: рівноплечі, які мають дві чашки (для вантажу і для гир), механічне накладення частини гир і демпферні (заспокійливі) пристрої; одночашкові, що працюють за принципом квадранта (противаги) і обладнані механічним пристроєм для врівноваження вантажу і противаги, і торсійні терези, призначені для зважування малих наважок (до 1 000 мг) і працюють за принципом балансування пружини.

Найчастіше в лабораторіях використовують терези аналітичні демпферні електричні (ВЛР-200, АДВ-200, ВЛА-200), за допомогою яких можна швидко і точно відважити необхідну кількість речовини. Вони зручні в роботі і є безрейтерними (рейтер – пересувна дротова накладка на коромислі терезів, яка має певну масу; у старих марках терезів використовувалася для їх балансування).

Масу вантажу на терезах визначають трьома прийомами: масу у грамах – грамовою аналітичною гиркою, яка накладається на чашку терезів; десятих і сотих часток грама – дисковим набірним пристроєм та кільцями балансира; тисячних і десятитисячних часток грама – за положенням мікрошкали,

розрахованої на 10 мг, яка має 100 поділок, і прикріпленої до стрілки терезів, відносно нульової насічки на матовому екрані. У неробочому стані, під час накладання і зняття гир і вантажу, коромисло терезів піднімається і фіксується на спеціальних підставках за допомогою аретира. Це необхідно для того, щоб не зношувалися і не ушкоджувалися призми коромисла і чашок, від яких залежать чутливість і точність терезів.

Аналітичні терези характеризуються правильністю, чутливістю та погрішністю. Правильність показань терезів – відповідність показань терезів дійсній масі тіла – перевіряють або зважуючи вантаж із відомою масою, або міняючи місцями вантаж і гирі (масою 1/10 від граничного навантаження терезів) у збалансованих терезів. Правильність терезів забезпечується рівністю довжини пліч коромисла і рівністю мас обох пліч, тому правильність рівноплечих двочашкових терезів легко перевірити, помінявши місцями урівноважені вантаж і гирі. За нерівності пліч балансування терезів порушиться. Якщо терези дають неправильні показання, їх балансують. Погрішність, або відтворюваність, показань терезів визначають, зважуючи той самий вантаж кілька разів. Отримані результати обробляють прийомами математичної статистики. Чутливість терезів характеризується масою вантажу, що викликає відхилення стрілки на 1 поділку шкали. У загальному випадку чутливість терезів підвищується за умови збільшення довжини пліч і зменшується під час зростання навантаження і відстані між центром обертання коромисла і центром його маси.

Для зрівноважування вантажів на терезах застосовують набори гир. Гирі виготовляються п'яти класів точності. Гирі 1-го і 2-го класів точності призначені для зважувань вищої і високої точності, 3-го класу – для технічних аналізів підвищеної точності і зважування дорогоцінних металів, 4-го класу – для зважування медикаментів і технічних аналізів, 5-го класу – торгові і господарські гирі. У практиці хімічного аналізу зазвичай використовують гирі 2-го класу точності.

Під час роботи з терезами необхідно дотримуватися певних правил: *не дозволяється зважувати вантажі масою більш 200 г; температура предметів і речовин повинна бути кімнатною; речовини поміщають у спеціальну тару (бюкси, годинникові скла, тиглі) і кладуть на ліву чашку терезів, а гирки – на праву; гирки і предмети, які зважуються, вносять через бічні стінки футляра, ставлять і знімають із чашок тільки за умови закритого аретира; нульову точку терезів перевіряють до і після кожного зважування; предмети і гирки, щоб уникнути перекосу чашок, розміщують на їх середині.* Порядок зважування такий:

1. На ліву чашку аналітичних терезів помістити тару і зважити її, як описано вище.
2. До отриманої маси додати масу речовини, яка зважується.
3. Виставити отриману масу на праву чашку терезів (грамові гирі) і за допомогою барабанів – сотні і десятки міліграмів.

4. У тару насипати речовину, яка зважується, і перевірити її масу, відкривши аретир.

5. Якщо маса недостатня, то досипати речовину, що зважується, у тару і знову зважити. Повторювати прийом до одержання необхідної маси.

6. Якщо маса надлишкова, то необхідно відібрати деяку кількість речовини, що зважується, і знову визначити її масу.

Увага! Всі операції з установки гирок, досипання або відбору речовин, зняття й установки тари на чашку проводяться тільки за умови закритого аретиру.

Терези необхідно утримувати в чистоті, оберегати від різких ударів, поштовхів і струсів. Під час зважування вантаж спочатку врівноважують гирями, а потім кільцями. Міліграми і десяті частки міліграма визначають за шкалою стрілки терезів. Закінчивши зважування, на терезах закривають аретир, записують результат, потім знімають із чашок гирки і вантаж, піднімають кільця, протирають чашки і закривають дверцята шафи терезів.

6.2. Правила роботи з фотоелектроколориметром КФК-2

Фотоелектроколориметр КФК-2 (колориметр фотоелектричний концентраційний) належить до однопроменевих приладів, призначених для вимірювання оптичної густини та пропускання світла за умови фіксованих довжин хвиль у межах від 315 до 980 нм.

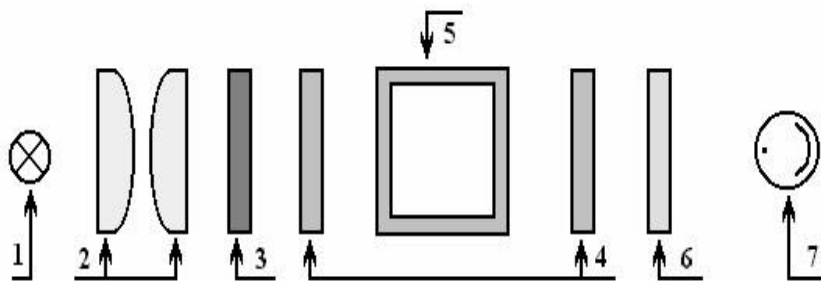


Рис. 66. Спрощена оптична схема однопроменевого фотоелектроколориметра:

1 – джерело світла; 2 – конденсор; 3 – світлофільтр;

4 – захисні скельця; 5 – кювета; 6 – матове скло; 7 – фотоелемент максимумами пропускання світла. Спрощена оптична схема приладу наведена на рис. 66

Монохроматичні світлові потоки створюються за допомогою набору світло фільтрів із визначеними

Як джерело світлового потоку у приладі використовується галогенна лампа (1). Промені світла проходять через конденсор (2) для створення паралельного потоку, один з одинадцяти світлофільтрів (3), за допомогою яких створюється

монохроматичний потік світла, і захисне скло (4). Далі промені світла потрапляють у кювету з дослідним або контрольним розчином (5), де відбувається поглинання світла, і потрапляють на фотоелемент (7), електричний сигнал із якого через електронну схему індикується мікроамперметром. Шкала мікроамперметра має поділки для відліку пропускання світла у відсотках (від 5 до 100 %, верхня шкала) та оптичної густини (від 0 до 1,3, нижня шкала).

Для проведення вимірів потрібно мати дослідний розчин, контрольний розчин (розчинник або суміш реактивів без дослідної речовини) та стандартний розчин для калібрування приладу. Порядок роботи із приладом такий:

1. Вмикають у мережу струму за допомогою кнопки «Мережа» і дають йому прогрітися протягом 30хвилин (під час прогрівання приладу кришка кюветної камери повинна бути відкрита).

2. Установлюють у світловий потік світлофільтр із необхідною довжиною хвилі та чутливістю схеми (Увага! Значення довжин хвиль від 315 до 540 нм на шкалі мають чорний колір, а від 590 до 980 нм – червоний. На шкалі чутливості ліва частина позначена цифрами 1, 2 та 3 чорного кольору, а права частина має ті самі значення червоного кольору. Якщо використовуються короткохвильові світлофільтри з чорним маркуванням, то на шкалі чутливості перемикач також встановлюється на одне зі значень чорного кольору, і навпаки). Значення чутливості спочатку встановлюють у положення «1».



Рис. 67. Зовнішній вигляд фотоелектроколориметра КФК-2

3. Перемикач кювет переводять у положення «1».

4. У тримач кювет вставляють кювети з контрольним розчином (так, щоб потік світла проходив через неї в положенні «1» перемикача) і дослідним розчином.

5. За контрольним розчином настроюють прилад на 100 % пропускання або 0 оптичної густини за допомогою ручок настройки з правого боку панелі. Якщо стрілка вимірника не доходить до поділки «100» (шкала пропускання) або «0» (шкала оптичної густини), перемикач чутливості переводять в положення «2» або

«3».

6. Переводять перемикач кювет у положення «2» і проводять відлік пропускання або оптичної густини.
7. Дослідний розчин у другій кюветі замінюють стандартним і повторюють вимірювання оптичної густини або пропускання світла.

6.3. Правила роботи на спектрофотометрі СФ-26

Спектрофотометр СФ-26 призначений для вимірювання коефіцієнта пропускання дослідного зразка (Т) або його оптичної густини (D) в ультрафіолетовій та видимій частинах спектру. Світловий потік створюється лампою розжарювання у видимій частині спектру або дейтерієвою лампою в ультрафіолетовій частині. Монохроматичний світловий потік створюється з допомогою тригранної призми, яка розкладає біле світло на спектр. Введення певних променів у кюветну камеру здійснюється поворотом призми та регулюванням ширини щілини, через яку проходить світло (чим менша щілина, тим точніше виділяється монохроматична частина світла). У монохроматичний потік випромінювання по чергово вводяться контрольний та дослідний зразки.



Рис. 68. Спектрофотометр СФ-26 шторки у положенні «Закр.»).

Послідовність роботи на спектрофотометрі така:

1. Установити у робоче положення фотоелемент та джерело світла, які відповідають обраному спектральному діапазону
2. Закрити фотоелемент (ручка вимірювання).
3. Увімкнути тумблер «Мережа», після чого повинні засвітитися лампа «Мережа» та одна з ламп «Д» (дейтерієва) або «Н» (розжарювання) відповідно до обраного джерела світла.
4. Прогріти прилад протягом 1 години.
5. Установити ручку «Компенсація» в положення «0».
6. Установити потрібну довжину хвилі з допомогою барабану, який знаходиться біля тумблера «Мережа», у сторону збільшення довжини хвилі. Якщо за таких умов шкала повернеться на більший кут, ніж потрібно, то барабан повертається назад на декілька поділок і знову підводиться до потрібного значення.

7. Установити ручку «Чутливість» у положення «1» (робоче положення).
8. Перевірити початкові показання індикатору і, якщо потрібно, відрегулювати темновий струм (стрілка гальванометра повинна знаходитися на відмітці «0» пропускання або «∞» поглинання світла). Регулювання здійснюється із закритою шторкою фотоелемента (ручка у положенні «Закр.») за допомогою ручки.
9. Установити у тримач кювет, розташований у кюветній камері, кювети з контрольним та дослідними розчинами.
10. У світловий потік ввести контрольну кювету за допомогою ручки.
11. За допомогою ручки «Щілина» підвести стрілку гальванометра на «0» поглинання або «100» пропускання.
12. Ввести у світловий потік дослідну кювету і провести відлік оптичної густини або пропускання світла розчину на індикаторі.

Увага! Під час прогріву приладу, зміни кювет, налаштування довжини хвилі та темного «0» перемикач шторки фотоелементів повинен знаходитися у положенні «Закр.», а під час вимірів – у положенні «Відкр.».

6.4. Правила роботи на спектрофотометрі GRANUM 722

Спектрофотометр моделі 722 складається з шести частин.

1. **Джерело світла:** вольфрамова галогенна лампа, яка випромінює світло в діапазоні довжини хвиль 330–1 000 нм.
2. **Монохроматор:** виділяє випромінювання необхідної довжини хвилі та прибирає зайві хвилі.



Рис. 4. GRANUM 722 Спектрофотометр

3. Кюветна камера: для розміщення кювет зі стандартними та дослідними розчинами.

1. **Детектор:** перетворює світло, що пройшло через дослідний розчин, на електричний струм.
2. **Мікропроцесор:** перетворює електричний сигнал у цифрову форму.

3. **Дисплей:** відображає отримані дані в одиницях поглинання, пропускання або концентрації.



Світло від лампи фокусується на вхідній щілині та потрапляє у монохроматор, де призма розкладає його у спектр. Світло обраної дов-

Рис. 5. Блок-схема спектрофотометра GRANUM 722 жини хвилі фокусується на вихідну щілину монохрома-

тора коліміруючим дзеркалом. Далі через один із фільтрів, які дають змогу прибрати паразитне випромінювання другого порядку, промінь проходить через кюветну камеру та потрапляє на детектор – кремнієвий фотодіод. Електричний сигнал, який генерується ним, обробляється мікропроцесором, і результат відображається на рідкокристалічному дисплеї у цифровій формі.

Частини управління та контролю. Основні частини управління та контролю спектрофотометра моделі 722 показано на рис. 6. Мережевий вимикач розташований на задній стінці приладу.

1. **Кюветне відділення.** У кюветотримач встановлюються кювети з калібрувальними та дослідними розчинами.
2. **Ручка установки довжини хвилі** використовується для установки потрібної довжини хвилі.
3. Індикатор включення приладу (ON/OFF).
4. **Рідкокристалічний дисплей** відображає результати вимірів у одиницях поглинання або пропускання, значення концентрації та фактора.

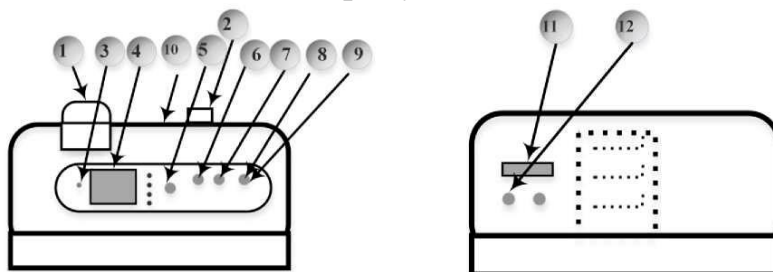


Рис. 6. Основні частини управління та контролю приладу

5. **Чотири червоні світлодіоди статусу** справа від цифрового індикатора вказують, який із режимів (вимір оптичної густини, коефіцієнта пропускання, значення фактора або концентрації) активний у поточний момент.

6. **Кнопка вибору режимів роботи** дає змогу вибрати режим виміру оптичної густини або коефіцієнта пропускання, установки значення концентрації або фактора.

7. **Кнопка «100»** використовується для установки 0 од. оптичної густини або 100 % пропускання під час калібрування. Прилад необхідно знову калібрувати після кожної зміни довжини хвилі.

8. **Кнопка «0»** призначена для установки «0» приладу в режимі пропускання. Установку «0» проводять після кожної зміни довжини хвилі.

9. **Кнопка «PRINT»** призначена для передачі результатів на принтер або комп'ютер через RS-232 порт.
10. **Кнопка «КОНЦЕНТРАЦІЯ / ФАКТОР»** використовується у режимі
«Концентрація» для установки на дисплеї значення концентрації або відомого фактора.
11. **Вікно для зчитування ДОВЖИНИ ХВИЛІ** відображає встановлену довжину хвилі. Ціна найменшої поділки 2 нм.
12. **Роз'єм RS-232 С інтерфейсу** розташований на задній стінці приладу.
13. **Аналоговий вихід** – роз'єм із двома гніздами на задній стінці приладу.

Робота із приладом

Визначення оптичної густини та коефіцієнта пропускання

1. Підключити прилад до мережі. Увімкнути прилад та прогріти не менше 15 хв.
2. Обертанням ручки вибору довжини хвилі встановити необхідну. Установку довжини хвилі необхідно виконувати підводкою з боку коротких довжин хвиль до більш довгих. Якщо під час установки значення довжини хвилі пропущене, необхідно знову повернутися на 20–30 нм до більш коротких та повторно підвести до необхідного значення.
3. Установити прилад у режим пропускання за допомогою кнопки **«MODE»**.
Поставити у кюветну камеру непрозору кювету (чорний кубик), закрити кришку кюветної камери та натиснути кнопку **«0»**. На дисплеї повинно з'явитися значення **0,00±0,01**. Повторно натиснути кнопку **«0»**, якщо значення відрізняється від вказаного. Забрати непрозору кювету.
4. За допомогою кнопки **«MODE»** вибрати режим поглинання (**A**, од. опт. густини або пропускання (**T**, %)).
5. Заповнити кювету водою або розчином для холостої проби, згідно з обраною методикою.
6. Помістити кювету в кюветний відсік та натиснути кнопку **«100»**. На дисплеї повинно висвітитися значення **0,00±0,01** (режим виміру оптичної густини).
7. Помістити у кюветний відсік кювету з досліджуваним розчином. Зчитати з дисплея результат в одиницях оптичної густини або процентах коефіцієнта пропускання (відповідно до обраного режиму).
8. Витягти кювету з кюветотримача.
9. Провести подальші виміри відповідно до **8, 9**.
10. За отриманими результатами вимірів провести обчислення згідно з обраною методикою.

Визначення концентрації

Використання режиму «С/Стандарт»

1. Установити прилад у режим пропускання за допомогою кнопки «**MODE**».

Поставити у кюветний відсік непрозору кювету (чорний кубик), закрити кришку кюветного відсіку та натиснути кнопку «**0**». На дисплеї повинно з'явитися значення **0,00±0,01**. Повторно натиснути кнопку «**0**», якщо значення відрізняється від вказаного. Прибрати непрозору кювету.

2. Натискаючи кнопку «**MODE**» установити режим оптичної густини (повинен засвітитися червоний світлодіод навпроти «**A**»).

3. Помістити кювету з холостою пробою в кюветотримач і закрити кришку кюветного відсіку.

4. Натиснути кнопку «**100**» (100 % T/0 A). На дисплеї повинно з'явитися **0,00±0,01**.

5. Прибрати холосту пробу з кюветного відсіку.

6. Поставити кювету зі стандартним розчином.

7. Натискаючи кнопку «**MODE**», вибрати режим виміру концентрації (повинен засвітитися червоний світлодіод навпроти «**C**»).

8. Використовуючи кнопки «**INC**» та «**DEC**», установити на дисплеї значення концентрації стандарту та натиснути на кнопку «**ENT**».

9. Витягти кювету зі стандартним розчином.

10. Вставити кювету з досліджуваним розчином, закрити кришку кюветного відсіку та зчитати з дисплея результат в одиницях концентрації.

Використання режиму «С/Фактор»

1. Установити прилад у режим пропускання за допомогою кнопки «**MODE**».

Уставити в кюветний відсік непрозору кювету, закрити кришку кюветного відсіку та натиснути кнопку «**0**». На дисплеї повинно з'явитися значення **0,00±0,01**. Повторно натиснути кнопку «**0**», якщо значення відрізняється від вказаного.

Прибрати непрозору кювету.

2. Натискаючи кнопку «**MODE**», установити режим оптичної густини (повинен засвітитися червоний світлодіод навпроти «**A**»).

3. Помістити кювету з холостою пробою у кюветотримач, закрити кришку кюветного відсіку.

4. Натиснути кнопку «**100**» (100 % T/0 A). На дисплеї повинно з'явитися **0,00±0,01**.

5. Прибрати холосту пробу з кюветного відсіку.

6. Поставити кювету зі стандартним розчином.

7. Натискаючи кнопку, вибрати режим фактора (повинен засвітитися червоний світлодіод навпроти «**F**»).

8. Використовуючи кнопки «**INC**» та «**DEC**», установити на дисплеї значення фактора (0–1 999) та натиснути на кнопку «**ENT**».

9. Поставити кювету з досліджуваним розчином, закрити кришку кюветного відсіку та зчитати з дисплея результат у одиницях концентрації.

СТАТИСТИЧНА ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ

Широке використання комп'ютерів в житті змусило всіх вчених і студентів оволодіти основами інформатики, незалежно від галузі науки, в якій вони зайняті. Рівень розвитку сучасних ЕОМ дає можливість спеціалістам після попередньої підготовки ефективно використовувати їх для виконання різноманітних завдань. Готова програма звільнює людину від виконання багатьох технічних операцій, дає можливість виконувати їх швидко і надійно.

Для того щоб отримати більш загальну та імовірну картину біологічних явищ, використовують біометрію, яка основана на математичних методах. При вивченні біологічних об'єктів та процесів слід обробити математично для імовірності досліду. Це включає в себе визначення:

1) середньої арифметичної M – для того, щоб отримати характеристику не окремих об'єктів, а всієї групи в цілому:

$$M = \frac{\sum X}{n};$$

де M - середнє арифметичне;

Σ – символ додавання;

X – дани (результат вимірювання ознаки у кожного об'єкту);

n – об'єм групи або число особин у групі.

2) середнього квадратичного відхилення, яке визначає різновидність групи:

$$\delta = \sqrt{\frac{c}{n-1}};$$

де C – сума квадратів, або дисперсія, яка визначається по формулі:

$$C = \Sigma (X - M)^2;$$

3) похибки середньої арифметичної, яка вказує на точність, тобто ступінь приближення вибіркового показника до генерального параметра (при визначеній надійності останнього):

$$m_M = \frac{\delta}{\sqrt{n}};$$

4) коефіцієнта Стюдента:

$$t_M = \frac{M}{m_M};$$

5) похибки середнього квадратичного відхилення:

$$m_\delta = \frac{\delta}{\sqrt{2n}};$$

6) коефіцієнта варіації (середнього квадратичного відхилення, який виражається в процентах від величини середньої арифметичної):

$$v = \frac{100\delta}{M};$$

7) похибка коефіцієнта варіації:

$$m_v = \frac{v}{\sqrt{2n}};$$

8) оцінки точності визначення середньої арифметичної:

$$P = \frac{100m_M}{M} = \frac{v}{\sqrt{n}} \leq 5\%;$$

$P > 5\%$ вказує на те, що мінливість даної ознаки дуже велика. Для отримання більш точного значення об'єм вибірки слід збільшити.

Часто в досліджах ознаки досліджуються у взаємозв'язку. Залежність однієї ознаки від іншої визначається коефіцієнтом кореляції, який вказує ступінь і напрямок прямолінійних зв'язків:

$$V = \frac{\Sigma XY - \frac{\Sigma X \Sigma Y}{N}}{\sqrt{\Sigma X^2 - \frac{(\Sigma X)^2}{N}} \cdot \sqrt{\Sigma Y^2 - \frac{(\Sigma Y)^2}{N}}};$$

Визначивши коефіцієнт кореляції можна знайти і коефіцієнт регресії. Якщо форма зв'язку виражена у вигляді залежності $y = f(x)$, де y – незалежна змінна величини x , яку називають аргументом, то зміна функції, в залежності від зміни одного, або декількох аргументів, називається регресією. Коефіцієнт регресії, таким чином, вказує, наскільки в середньому величина однієї ознаки y змінюється при зміні на одиницю міри другої, кореляційне зв'язаної з “ y ” ознаки “ x ”:

$$b_{xy} = v_{xy} \sqrt{\frac{\Sigma (X_i - \bar{X})^2}{\Sigma (Y_i - \bar{Y})^2}};$$

Для визначення перерахованих показників складена програма на мові Бейсик. Це одна з найпростіших мов, яку можна легко засвоїти і з допомогою якої біологи можуть складати різноманітні програми. Складена програма придатна для вивчення фізіологічних та біотехнологічних процесів в основі яких лежить зміна кількісних значень. Вона може використовуватись для порівняння різних біологічних параметрів (це має велике значення при дослідженні популяцій). Програма, таким чином, може полегшувати навчальну та наукову роботу студентів і викладачів, в тому числі при виконанні курсових та дипломних робіт.

ДОДАТКИ

Одиниці фізичних величин

10^6 - (мега) - М	10^{-2} - (санти) - С
10^3 - (кіло) - К	10^{-3} - (мілі) - М
10^2 - (гекто) - Г	10^{-6} - (мікро) - мк
10 - (дека) - да	10^{-9} - (нано) - н
10^{-1} - (деци) - д	10^{-12} - (піко) - п

Одиниці довжини, площі, об'єму

$1 \text{ А} = 10^{-7} \text{ мм} = 10^{-8} \text{ см} = 10^{-10} \text{ м}$	1 кв. км = 1 000 000 кв. м.
$1 \text{ нм} = 10 \text{ А}^\circ = 10^{-3} \text{ мкм} = 10^{-6} \text{ мм} = 10^{-9} \text{ м}$	1 кв. км = 100 га.
$1 \text{ мкм} = 10^4 \text{ А}^\circ = 10^3 \text{ нм} = 10^{-3} \text{ мм} = 10^{-6} \text{ м}$	1 га = 100 арів
	1 ар = 100 кв. м.
	1 кв. м. = 100 кв. дм.

1 куб. м. = 1 000 000 куб. см.
1 куб. см. = 100 куб. мм.
1 літр = 1 куб. дц.
1 дкл. = 10 л.
1 гектолітр (гл) = 100 л.

Одиниці тиску, механічного напруження

1 бар = 10^5 Па (Паскаль)
1 мм рт.ст. (торр) = 1,33322 мбар = 133,322 Па
1 фізична атм (атм) = 760 мм рт.ст. = 1013,25 м бар = $1,01325 \times 10^5$ Па = 10 КПа
1 МПа = 10^6 Па = 9,8 атм

Енергія, робота

1 Дж = 0,2388 кал
1 кал = 4,1868 Дж
1 ккал = 10^3 кал = 4,1868 кДж = $4,1868 \times 10^3$ Дж

Температура

$$TK = T^\circ C + 273,16$$

Молекулярні маси деяких реактивів

Неорганічні сполуки	Молекулярна маса	Органічні сполуки	Молекулярна маса
Ba(OH)_2	171	Аскорбінова кислота	176
$\text{CaCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$	219	Гліцерин	92
$\text{Ca(NO}_3)_2$	164	Глюкоза	180
$\text{CaSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$	172	Індигокармін	466
$\text{CoCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$	238	Індолілоцтова кислота	175
$\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$	250	Ксилол	106
HCl	36,5	Лимонна кислота	192
HNO_3	63	Метиленова синька	320
H_2SO_4	98	Метилловий червоний	269
KCl	74,6	Сечовина	60
KNO_3	101	Нейтральний червоний	289
KH_2PO_4	136	Сахароза	342
KOH	56	Тимолфталеїн	430
$\text{MgSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$	246,5	Оцтова кислота	60
NaCl	58,5	Фенолфталеїн	318
NaOH	40	Еозин	648
NH_4NO_3	80	Етанол	46

АТОМНІ ТА МОЛЕКУЛЯРНІ МАСИ

Атомні маси деяких елементів

Символ елемента	Назва елемента	Порядковий номер елемента	Атомна маса елемента
Ag	Срібло	89	107,868
Al	Алюміній	13	26,9815
As	Миш'як, арсен	33	74,9216
B	Бор	5	10,811
Ba	Барій	56	137,34
Bi	Вісмут, бісмут	83	208,980
Br	Бром	35	79,904
C	Вуглець	6	12,01115
Ca	Кальцій	20	40,08
Cd	Кадмій	48	112,40
Cl	Хлор	17	35,453
Co	Кобальт	27	58,9332
Cr	Хром	24	51,996
Cu	Мідь	29	63,546
F	Фтор	9	18,9984
Fe	Залізо	26	55,847
H	Водень	1	1,00797
He	Гелій	2	4,0026
Hg	Ртуть	80	200,59
I	Йод	53	126,9044
K	Калій	19	39,102 I
Li	Літій	3	6,939
Mg	Магній	12	24,305
Mn	Марганець	25	54,9380
Mo	Молібден	42	95,94
N	Азот	7	14,0067
Na	Натрій	11	22,9898
Ni	Нікель	28	58,71
O	Кисень	8	15,9994
P	Фосфор	15	30,9738
Pb	Свинець	82	207,19
S	Сірка	11	32,064
Si	Кремній, силіцій	14	28,086
Sn	Олово	50	118,69
W	Вольфрам	74	183,85
Zn	Цинк	30	65,37

Молекулярні та еквівалентні маси деяких хімічних сполук

Формула	Молекулярна маса	Еквівалентна маса
5 5піридин	79,1023	
C ₆ H ₆ O (фенол)	94,1141	
CO (оксид вуглецю)	28,0106	
CO ₂ (діоксид вуглецю)	44,0100	
Ca(C ₂ H ₃ O ₂) ₂ (ацетат, ацетат)	158,170	79,085
Ca ₃ (C ₆ H ₅ O ₇) ₂ (цитрат, лимоннокислий)	498,450	166,150
CaC ₂ O ₄ (оксалат, щавлевокислий)	128,100	64,050
CaO · H ₂ O	146,120	73,060
CaHPO ₄	136,060	45,353
Ca(NO ₃) ₂	164,090	82,045
Ca(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O	236,150	118,075
Ca(OH) ₂	74,090	37,045
Cd(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O	308,470	154,235
CdSO ₄	208,460	104,230
CuCl ₂	134,452	67,226
CuCl ₂ ·2H ₂ O	170,483	85,241
Cu(NO ₃) ₂	187,556	93,778
Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O	241,607	120,801
Fe(NO ₃) ₃	241,862	80,621
Fe(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O	349,950	116,650
HC ₂ H ₃ O ₂ (оцтова кислота)	60,053	60,053
HC ₃ H ₅ O ₃ (молочна кислота)	90,079	90,079
H ₂ C ₄ H ₄ O ₄ (буритинова кислота)	118,090	59,045
H ₂ C ₄ H ₄ O ₅ (яблучна кислота)	134,089	67,0445
H ₂ C ₄ H ₄ O ₆ (винна кислота)	150,890	75,445
H ₃ C ₆ H ₅ O ₇ (лимонна кислота)	192,126	64,042
H ₃ C ₆ H ₅ O ₇ ·H ₂ O	210,142	70,0473
H ₂ C ₂ O ₄ (щавлева кислота)	90,036	45,018
HCl(соляна кислота)	36,461	36,461
HClO ₄ (хлорна кислота)	100,459	100,459
HNO ₂ (азотиста кислота)	47,013	47,013
HNO ₃ (азотна кислота)	63,013	63,013
H ₂ O	18,015	
HPO ₃	79,980	79,980
H ₃ PO ₄	97,995	32,665
H ₂ SO ₄	98,078	49,039
HgCl ₂	271,500	135,750

Формула	Молекулярна маса	Еквівалентна маса
Hg ₂ Cl ₂	479,020	479,020
HgI ₂	454,400	227,200
KBr	119,006	119,006
КСН ₃ О ₂ (ацетат, ацетат)	98,147	98,147
К ₂ С ₄ Н ₄ О ₆ ·1/2Н ₂ О (тарtrat, виннокислий)	235,285	117,643
К ₂ С ₆ Н ₅ О ₇ ·Н ₂ О (цитрат, лимоннокислий)	324,424	108,141
К ₂ СО ₃	138,213	69,107
К ₂ С ₂ О ₄ ·Н ₂ О (оксалат, щавлевокислий)	184,239	92,119
KCl	74,555	74,555 I
КСІО ₃	122,553	122,553
КСІО ₄	138,553	138,553
К ₂ Cr ₂ O ₇	294,192	147,096 (р. об.) 49,032 (овр)
KF	58,100	58,100
КНСО ₃	100,119	100,119
КН ₂ РО ₄	136,089	45,363
К ₂ НРО ₄	174,183	58,061
КНСО ₃	120,172	60,086
КНСО ₄	136,172	68,086
KI	166,006	166,006
КІО ₃	214,005	214,005 (р. об.) 35,667 (овр)
КMnO ₄	158,038	158,038 (р. об.) 31,6075 (овр)
КNO ₂ (нітрит)	85,108	85,108
КNO ₃ (нітрат)	101,107	101,107
КNaC ₄ H ₄ O ₆ ·4H ₂ O (калій-натрій тарtrat, сегнетова сіль)	282,226	141,113
КОН	56,109	56,109
К ₃ НРО ₄	212,227	70,759
К ₂ SO ₃	158,266	79,133
К ₂ SO ₃ ·2H ₂ O	194,297	97,149
К ₂ SO ₄	174,266	87,133
К ₂ S ₂ O ₅	222,33	111,165
К ₂ S ₂ O ₇	254,33	127,165
К ₂ S ₂ O ₈	270,33	135,165
Li ₃ PO ₄	115,788	38,596
Li ₂ SO ₄	109,940	54,970

Li ₂ SO ₄ ·H ₂ O	127,955	63,978
MgCO ₃	84,314	42,157
MgCl	95,211	47,606
MgCl ₂ ·2O	203,303	101,652
Mg(NO ₃) ₂	148,315	74,158
Mg(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	256,407	128,204
Mg(OH) ₂	58,320	29,160
MgSO ₄	120,367	60,184
MgSO ₄ ·7H ₂ O	264,474	132,237
MnCO ₃	114,947	57,474
MnCl ₂	125,844	62,922
Mn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	287,040	143,520
MnSO ₄	151,000	75,500
MnSO ₄ ·4H ₂ O	223,061	111,531
MnSO ₄ ·5H ₂ O	241,076	120,538
MnSO ₄ ·7H ₂ O	277,107	138,554
NH ₄ NO ₂ (нітрит)	64,0441	64,0441
Na ₂ C ₄ H ₄ O ₆ ·2H ₂ O (тарtrat, виннокислий)	230,083	115,041
Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ ·5,5H ₂ O (цитрат, лимоннокислий)	357,156	319,052
Na ₂ C ₂ O ₄ (оксалат, щавлевокислий)	134,000	67,000
NaCl	58,443	58,443
NaClO ₃	106,441	106,441
NaHC ₂ O ₄	112,018	56,009
NaHSO ₄	120,059	60,035
NaNO ₂	68,995	34,995 (р. об.) 34,995 (овр)
2S ₂ O ₃ ·5H ₂	248,180	124,091 (р. об.) 248,110 (овр)
Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	290,810	145,405
Pb(C ₂ H ₃ O ₂) ₂ (ацетат, ацетат)	325,280	162,640
Pb(C H O)	379,330	189,665
Zn(C ₂ H ₃ O ₂) ₂ (ацетат, ацетат)	183,460	91,730
ZnCO ₃	125,380	62,690
Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	297,470	148,735

Примітка: для деяких речовин у таблиці наведено дві еквівалентні маси: – для обмінних реакцій (р. об.);
– для окисно-відновних реакцій (овр).

Густина розчинів деяких кислот та основ різної концентрації за 15 °С

Концентрація	H₂SO₄	HNO₃	HCl	H₃PO₄	CH₃COOH	KOH	NaOH	NH₃
2	1,013	1,011	1,009	1,010	1,003	1,016	1,023	0,992
4	1,027	1,022	1,019	1,022	1,006	1,033	1,046	0,983
6	1,040	1,033	1,029	1,033		1,048	1,069	0,973
8	1,055	1,044	1,039	1,045	1,010	1,065	1,092	0,967
10	1,069	1,055	1,049	1,056		1,082	1,115	0,960
12	1,083	1,068	1,059	1,067	1,015	1,100	1,137	0,953
14	1,098	1,080	1,069	1,079		1,118	1,159	0,946
16	1,112	1,098	1,079	1,091	1,020	1,137	1,181	0,939
18	1,127	1,106	1,089	1,103		1,156	1,203	0,932
20	1,143	1,119	1,100	1,119	1,025	1,176	1,225	0,926
22	1,158	1,132	1,110	1,129	1,143	1,196	1,247	0,919
24	1,174	1,145	1,121	1,143	1,031	1,217	1,268	0,913
26	1,190	1,158	1,132	1,156		1,240	1,289	0,908
28	1,205	1,171	1,142	1,170	1,035	1,263	1,310	0,903
30	1,224	1,184	1,152	1,188		1,286	1,332	0,898
32	1,238	1,198	1,163	1,204	1,040	1,310	1,352	0,893
34	1,255	1,211	1,173	1,219		1,334	1,374	0,889
36	1,273	1,225	1,383	1,233	1,045	1,358	1,395	0,884
38	1,290	1,238	1,194	1,249		1,384	1,436	
40	1,307	1,251		1,265	1,050	1,411	1,437	
42	1,324	1,264		1,281		1,437	1,458	
44	1,342	1,277		1,297		1,460	1,478	
46	1,361	1,290		1,314	1,052	1,485	1,499	
48	1,380	1,303		1,381		1,511	1,519	
50	1,399	1,316		1,348	1,058	1,538	1,540	
56	1,460	1,351		1,402	1,061	1,616	1,601	
60	1,503	1,373		1,439	1,065		1,643	
66	1,571	1,403						
68	1,594							
70	1,617							
80	1,733				1,070			
90	1,819							
92	1,830				1,065			
94	1,837							
96	1,840				1,059			
98	1,841				1,055			
100					1,050			

Молекулярні маси деяких реактивів

Неорганічні сполуки	Молекулярна маса	Органічні сполуки	Молекулярна маса
Ba(OH)_2	171	Аскорбінова кислота	176
$\text{CaCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$	219	Гліцерин	92
$\text{Ca(NO}_3)_2$	164	Глюкоза	180
$\text{CaSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$	172	Індигокармін	466
$\text{CoCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$	238	Індолілоцтова кислота	175
$\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$	250	Ксилол	106
HCl	36,5	Лимонна кислота	192
HNO_3	63	Метиленова синька	320
H_2SO_4	98	Метилловий червоний	269
KCl	74,6	Сечовина	60
KNO_3	101	Нейтральний червоний	289
KH_2PO_4	136	Сахароза	342
KOH	56	Тимолфталейн	430
$\text{MgSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$	246,5	Оцтова кислота	60
NaCl	58,5	Фенолфталейн	318
NaOH	40	Еозин	648
NH_4NO_3	80	Етанол	46

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Векірчик К.М. Практикум «Фізіологія рослин» Вища школа, 1984. – 240с.
2. Власенко М. Ю. Фізіологія рослин / М. Ю. Власенко, Л. Д. Вельямінова-Зернова, В. В. Мацкевич. – Біла Церква : Білоцерківський державний аграрний університет, 2006. – 504 с.
3. Грицаєнко З. М. Методи біологічних та агрохімічних досліджень рослин і ґрунтів / З. М. Грицаєнко, А. О. Грицаєнко, В. П. Карпенко. – Київ : ЗАТ «Нічлава», 2003. – 316 с.
4. Злобін Ю. А. Курс фізіології і біохімії рослин / Ю. А. Злобін. – Суми : Університетська книга, 2004. – 464 с.
5. Мещин І.Ф., Федорик С.Д.. Техніка лабораторних робіт.- Чернівці, 2003.-83 с.
6. Мусієнко М. М. Фізіологія рослин / М. М. Мусієнко. – Київ : Либідь, 2005. – 808 с.
7. Мусієнко М. М. Фізіологія рослин / М. М. Мусієнко. – Київ : Фітосоціоцентр, 2001. – 392 с.
8. Мусієнко М. М. Фізіологія рослин / М. М. Мусієнко. – К. : Либідь, 2005. – 808 с.
9. *Мусієнко М. М.* Екологія рослин / М. М. Мусієнко. – К. : Либідь, 2006. – 432 с.
10. Ніколайчук В.І., Білик П.П., Белчгазі В.Й. Спецпрактикум з фізіології рослин і біотехнології. Ужгород: «ВАТ Патент»,1998р. – 174с.
11. Терек О. І. Ріст і розвиток рослин : навч. посібник / О. І. Терек, О. І. Пацула. – Львів : ЛНУ ім. І. Франка, 2011. – 328 с.
12. Фізіологія рослин з основами біохімії / [М. М. Макрушин, Є. М. Макрушина, Н. В. Петерсон, В. С. Цибулько] ; під ред. М. М. Макрушина. – Київ : Урожай, 2005. – 544 с.