

Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего
профессионального образования «Красноярский государственный
медицинский университет имени профессора В.Ф. Войно-Ясенецкого»
Министерства здравоохранения Российской Федерации

Фармацевтический колледж

**Физико-химические методы
исследования и техника
лабораторных работ**

сборник методических указаний
для обучающихся к практическим занятиям
по специальности 31.02.03 – Лабораторная диагностика

В 2 частях

Часть 2

Красноярск
2016

УДК 542.06(07)
ББК 51.1(2Рос),283.4
Ф 50

Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ : сб. метод. указаний для обучающихся к практ. занятиям по специальности 31.02.03 – Лабораторная диагностика. В 2 ч. / сост. Е. Н. Казакова, Л. В. Ростовцева ; Фармацевтический колледж. – Красноярск : тип. КрасГМУ, 2016. – Ч. 2. – 73 с.

Составители: Казакова Е.Н.;
Ростовцева Л.В.

Сборник методических указаний к практическим занятиям предназначен для аудиторной работы обучающихся. Составлен в соответствии с ФГОС СПО 2014 г. по специальности 31.02.03 – Лабораторная диагностика (очная форма обучения), рабочей программой дисциплины (2015 г.) и СТО СМК 4.2.01-11.Выпуск 3.

Утверждено к печати методическим советом Фармацевтического колледжа (Протокол № 10 от «21» июня 2016г).

КрасГМУ
2016

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 1. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ I, II, III ГРУППЫ.....	6
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 2. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ IV, V, VI ГРУППЫ	13
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 3. РЕАКЦИИ АНИОНОВ.....	20
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 4. ИТОГОВОЕ ЗАНЯТИЕ «ОСНОВЫ КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА».....	26
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 5. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ ТИТРИМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. АЛКАЛИМЕТРИЯ.....	29
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 6. ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЯ	35
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 7. КОМПЛЕКСОМЕТРИЯ	38
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 8. ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЯ. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ.....	43
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 9. ПОСТРОЕНИЕ КАЛИБРОВОЧНОГО ГРАФИКА	49
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 10. УСТРОЙСТВО pH- МЕТРА.....	52
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 11. ПОГРЕШНОСТИ И ОШИБКИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА.....	58
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 12. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	67
Литература	74

ВВЕДЕНИЕ

Сборник методических указаний к практическим занятиям по Физико-химическим методам анализа и технике лабораторных работ предназначен для аудиторной работы студентов, обучающихся по специальности 31.02.03 – Лабораторная диагностика.

Содержание сборника соответствует тематическому плану практических занятий рабочей программы дисциплины. Методические указания для каждого практического занятия включают значение темы, перечень формируемых знаний, умений, общих и профессиональных компетенций, план изучения темы.

Для подготовки к практическому занятию необходимо изучить основной теоретический материал. План занятия включает контроль исходного уровня знаний, основное содержание темы, задания для самостоятельной работы студентов, в том числе лабораторные работы, форму исходного контроля знаний и домашнее задание.

При выполнении лабораторных работ следует соблюдать правила безопасной работы при работе с химическими реактивами, лабораторной посудой, оборудованием, нагревательными приборами, а также четко придерживаться хода выполнения работы.

Для подготовки к итоговому занятию представлен перечень вопросов.

Содержание пособия соответствует требованиям Федерального государственного образовательного стандарта среднего профессионального образования по специальности Лабораторная диагностика.

В результате освоения учебной дисциплины обучающийся должен

уметь:

- готовить рабочее место, посуду, оборудование для проведения анализов с соблюдением техники безопасности и противопожарной безопасности;
- выполнять основные операции, предшествующие или сопутствующие проведению лабораторных исследований;
- владеть практическими навыками проведения качественного и количественного анализа методами, не требующими сложного современного оборудования;
- готовить приборы к лабораторным исследованиям;
- работать на фотометрах, спектрофотометрах, иономерам, анализаторам;
- проводить калибровку мерной посуды, статистическую обработку результатов количественного анализа; оценивать воспроизводимость и правильность результатов анализа;

знать:

- устройство лабораторий различного типа, лабораторное оборудование и аппаратуру;

- правила техники безопасности при проведении лабораторных исследований в клинко-диагностических лабораториях различного профиля и санитарно- гигиенических лабораториях;
- теоретические основы лабораторных исследований, основные принципы и методы качественного и количественного анализа;
- классификацию методов физико- химического анализа;
- законы геометрической оптики; принципы работы микроскопа; понятия дисперсии света, спектра; основной закон светопоглощения; сущность фотометрических, электрометрических, хроматографических методов; принципы работы иономеров, фотометров, спектрофотометров;
- современные методы анализа; понятия люминесценции, флуоресценции;
- методики статистической обработки результатов количественных определений, проведения контроля качества выполненных исследований, анализа ошибок и корректирующие действия.

ПАМЯТКА ДЛЯ СТУДЕНТОВ

Техника безопасности при работе в учебной лаборатории

1. Работать только в спецодежде – халате, колпачке и сменной обуви.
2. Перед работой внимательно ознакомиться с методикой проведения анализа и в соответствии с этим подготовить свое рабочее место.
3. Перед работой следует убедиться в том, что:
 - правильно уяснена методика,
 - правильно подготовлены приборы и оборудование,
 - взятые вещества соответствуют методике опыта.
4. Работать только на закрепленном месте.
5. Рабочее место содержать в чистоте, не загромождать его не нужными предметами.
6. Во время работы соблюдать тишину, порядок и чистоту.
7. Не допускать торопливости, невнимательности, беспорядочности и неряшливости.
8. Запрещается выполнять работы не связанные с непосредственной работой в лаборатории.
9. Не покидать рабочее место во время проведения практической работы, не оставлять без присмотра включенные приборы.
10. После работы убрать все приборы и реактивы по местам, выключить все электроприборы, закрыть форточки, краны водоснабжения и протереть рабочий стол.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 1. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ I, II, III ГРУППЫ

Значение темы:

Лаборатория любого профиля занимается анализом различных объектов, устанавливает качественный и количественный состав исследуемых соединений и смесей. Качественный анализ предшествует количественному анализу, т.к. результаты качественного анализа позволяют сделать правильный выбор методов количественного определения. Качественный анализ устанавливает, из каких химических элементов или ионов состоит анализируемое вещество.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- задачи и методы качественного анализа,
- классификацию катионов на аналитические группы,
- действие групповых реагентов,
- действие частных реагентов,
- способы проведения качественных реакций

уметь:

- проводить частные реакции на катионы I, II, III групп

овладеть ОК и ПК:

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, определять методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 11. Быть готовым брать на себя нравственные обязательства по отношению к природе, обществу и человеку.

ОК 12. Оказывать первую медицинскую помощь при неотложных состояниях.

ОК 13. Организовывать рабочее место с соблюдением требований охраны труда, производственной санитарии, инфекционной и противопожарной безопасности.

ОК 14. Вести здоровый образ жизни, заниматься физической культурой и спортом для укрепления здоровья, достижения жизненных и профессиональных целей.

ПК 1.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных общеклинических исследований.

ПК 1.2. Проводить лабораторные общеклинические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК3.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных биохимических исследований.

ПК 3.2. Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 6.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных санитарно-гигиенических исследований.

ПК 6.2. Проводить отбор проб объектов внешней среды и продуктов питания.

ПК 6.3. Проводить лабораторные санитарно-гигиенические исследования.

План изучения темы:

1. Актуализация знаний.

1. Какие ионы называются катионами?
2. На какие группы делятся катионы? На чем основана эта классификация?
3. На чем основаны химические методы анализа?
4. Что такое анализ сухим путем и анализ мокрым путем? Приведите примеры.
5. Какими свойствами должны обладать аналитические реакции?
6. Какие аналитические реакции называются общими? Частными?
7. Что такое групповой реактив? Селективный? Специфический?
8. Назовите катионы I аналитической группы. Имеется ли для них групповой реактив?
9. Назовите катионы II аналитической группы? Какой реактив является групповым для этих катионов?
10. Назовите катионы III аналитической группы? Какой реактив является групповым для этих катионов?

2. Содержание темы.

Первая аналитическая группа катионов

Характеристика группы

К первой группе катионов относятся катионы K^+ , Na^+ , NH_4^+ .

Все эти катионы бесцветны.

В отличие от катионов других групп почти все соли калия, натрия и аммония хорошо растворимы в воде.

Гидроксиды натрия $NaOH$ и калия KOH - хорошо растворимые в воде сильные основания. Гидроксид аммония является слабым основанием, это нестойкое соединение, легко разлагающееся на аммиак и воду даже при комнатной температуре.

Гидролизу подвергаются все соли аммония, а также натриевые и калиевые соли слабых кислот.

Аналитическим признаком катионов первой группы является отсутствие группового реактива, который одновременно осаждал бы все катионы этой группы.

На катион NH_4^+ имеется селективная реакция со щелочью, позволяющая обнаруживать его в присутствии всех других катионов, поэтому катион NH_4^+ обнаруживают в предварительном испытании растворов. Кроме этого соли

аммония являются нестойкими и легко разлагаются при нагревании – это свойство используется при удалении солей аммония из смеси катионов первой группы.

Вторая аналитическая группа катионов

Характеристика группы

Ко второй аналитической группе катионов относятся ионы Pb^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+} .

Катионы Pb^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+} бесцветны.

Соли этих катионов почти все плохо растворимы в воде. Хорошо растворимы только нитраты катионов этой группы и ацетаты серебра и свинца.

Гидроксиды серебра и ртути (I) являются неустойчивыми соединениями и в момент образования распадаются на соответствующий оксид и воду.

Гидроксид свинца (II) $\text{Pb}(\text{OH})_2$ обладает амфотерными свойствами, т.е. при диссоциации образует одновременно гидроксид-ионы OH^- и ионы водорода H^+ , поэтому он растворяется в кислоте и в избытке щелочи.

Соли катионов второй группы подвергаются гидролизу и их растворы имеют кислую реакцию.

Ионы Pb^{2+} , Ag^+ , Hg_2^{2+} способны образовывать комплексные соединения. Ионы Ag^+ образуют комплексные соединения с аммиаком. Благодаря этой способности можно переводить в раствор нерастворимые соли серебра (AgCl , AgBr и др.) в виде растворимых комплексных солей, что широко применяется в комплексном анализе.

Групповым реактивом для второй аналитической группы является разбавленная хлороводородная кислота (HCl) или её растворимые в воде соли – хлориды. При действии группового реактива образуются белые творожистые осадки PbCl_2 , AgCl , Hg_2Cl_2 .

Все растворимые соединения свинца и ртути ядовиты.

Третья аналитическая группа катионов

Характеристика группы

К третьей групп катионов относятся ионы двухвалентных металлов Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} .

Эти катионы бесцветны.

Галогениды, нитраты и ацетаты этих катионов хорошо растворимы в воде. Гидроксиды катионов этой группы являются сильными электролитами, и растворимость их уменьшается в последовательности $\text{Ba}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{Sr}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$.

Сульфаты бария, стронция и кальция плохо растворимы в воде, поэтому групповым реактивом является серная кислота. Наименее растворим сульфат бария, наиболее – сульфат кальция. Поэтому BaSO_4 выделяется моментально даже из разбавленных растворов, SrSO_4 – спустя некоторое время, CaSO_4 – только из концентрированных растворов при добавлении к раствору этилового спирта.

3. Самостоятельная работа студентов.

1. Ознакомление с правилами работы.

1. Все реакции по изучению химических свойств катионов и анионов проводят в пробирках или реже на предметном стекле для наблюдения под микроскопом.
2. Для проведения качественного анализа используют 0,5н. растворы солей, содержащих изучаемые ионы, и, как правило, 2н. растворы групповых реактивов.
3. В пробирку вносят указанное в каждом опыте число капель раствора соли реактива. Это необходимо строго соблюдать, т.к. избыток реактива может привести к искажению результатов анализа.
4. При внесении раствора реактива в пробирку нельзя касаться её стенок.
5. Нельзя сливать обратно, не использованную часть реактива в склянку.
6. Соблюдать правила ТБ при работе с кислотами, щелочами, легколетучими, огнеопасными веществами, а также при работе с нагревательными приборами.
7. При проведении качественных реакций следует запоминать цвета осадков или окраску растворов, которые характерны для ионов.
8. Результаты качественных реакций оформляются в тетради по схеме:

Определяемый катион	Реактив	Условия проведения реакции	Наблюдения	Уравнения химических реакций
K^+	$NaHC_4H_4O_6$ Гидротартрат натрия	Охлаждение, потирание стеклянной палочкой о стенки пробирки	белый мелкокристаллический осадок	$KCl + NaHC_4H_4O_6 \rightarrow KHC_4H_4O_6 \downarrow + NaCl$ $K^+ + HC_4H_4O_6^- \rightarrow KHC_4H_4O_6 \downarrow$
	Окрашивание пламени	-	фиолетовый цвет	-

Если химическая реакция является реакцией ионного обмена, то записать ионное уравнение (сокращенное), если ОВР – составить электронный баланс.

2. Лабораторная работа

Выполнение качественных реакций в соответствии с описанной методикой.

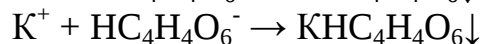
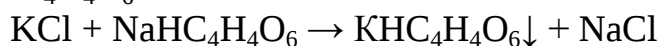
Первая аналитическая группа катионов

Реакции катиона калия K^+

1. Реакция с гидротартратом натрия $NaHC_4H_4O_6$

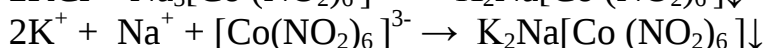
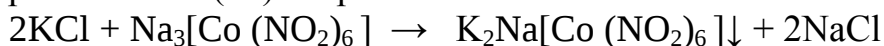
В пробирку внесите 2 - 3 капли раствора соли калия (KCl или KNO_3), прилейте 2 - 3 капли раствора гидротартрата натрия $NaHC_4H_4O_6$. Охладите пробирку в холодной воде, и осторожно потрите раствор стеклянной палочкой о стенку

пробирки. В результате быстро появляется белый мелкокристаллический осадок $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$.



2. Реакция с гексанитрокобальтатом (III) натрия (кобальтнитритом натрия) высоко чувствительна.

В пробирку внесите 2 - 3 капли раствора соли калия (KCl или KNO_3), добавьте по капле раствора (или немного порошка) гексанитрокобальтата (III) натрия. Тотчас же выпадает желтый мелкокристаллический осадок двойной соли гексанитрокобальтат (III) натрия-калия.



3. Окрашивание пламени

В петлю платиновой или нихромовой проволоки (вместо проволоки можно применять грифель) поместить каплю раствора или несколько кристалликов соли калия. Пламя окрашивается в фиолетовый цвет, становящийся особенно заметным при рассматривании через синее стекло или пленку.

Реакции катиона натрия Na^+

1. Окрашивание пламени.

Все соли натрия окрашивают бесцветное пламя в интенсивный желтый цвет. Реакция очень характерна и чувствительна.

Выполнение реакции такое же, как для ионов калия.

Реакции катиона аммония NH_4^+

1. Действие едких щелочей (NaOH или KOH). При действии щелочей на соли аммония при нагревании выделяется свободный аммиак NH_3 .

В пробирку внесите 2-3 капли раствора соли аммония (NH_4Cl) и добавьте туда же 2 -3 капли NaOH . Нагрейте пробирку на водяной бане. Полоску лакмусовой бумажки смочите водой, и осторожно поднесите её к пробирке, бумажка посинеет. Вместо лакмусовой бумажки можно взять фенолфталеиновую бумажку, она становится малиновой.



2. Обнаружение иона NH_4^+ реактивом Несслера является самой чувствительной реакцией на ион аммония NH_4^+ . Реактив Несслера представляет собой щелочной раствор комплексной соли ртути (II) - $\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KOH}$.

В пробирку внесите 1-2 капли раствора NH_4Cl и туда же добавьте 3 капли раствора реактива Несслера. Образуется красно - бурый осадок:

Для реакции обязательна щелочная или нейтральная среда. Рекомендуется приливать избыток реактива, т.к. образующийся осадок растворим в избытке аммонийных солей.

Вторая аналитическая группа катионов

Реакции катиона свинца Pb^{2+}

1. Хлороводородная кислота и растворимые хлориды осаждают из растворов солей свинца (II) белый хлопьевидный осадок хлорида свинца (II), легко растворимый в горячей воде.

В пробирку помещают 2 капли раствора соли свинца (II) и добавляют 2 капли раствора хлороводородной кислоты. К полученному осадку добавить 0,5 мл воды и нагреть на водяной бане. Наблюдая растворение осадка и его выпадение при охлаждении.

2. Гидроксиды щелочных металлов NaOH или KOH из растворов солей свинца (II) осаждают гидроксид свинца (II) - осадок белого цвета.

Гидроксид свинца (II) $Pb(OH)_2$ обладает амфотерными свойствами, поэтому он растворяется в разбавленной азотной или уксусной кислоте и в избытке щелочи: $Pb(OH)_2 + 2KOH \rightarrow K_2[Pb(OH)_4]$.

К 2 каплям раствора соли свинца (II) прибавить сначала 1 каплю раствора щелочи, а затем её избыток до растворения осадка.

3. Иодид калия KI, взаимодействуя с растворами солей свинца (II) дает желтый осадок иодида свинца (II) PbI_2 , растворимый в горячей воде.

Реакция часто применяется для открытия ионов Pb^{2+} .

К 2 каплям раствора соли свинца (II) добавить 2 капли раствора иодида калия. В полученный раствор с осадком добавляют 0,5 мл воды и 3-4 капли разбавленной уксусной кислоты; нагреть смесь на кипящей водяной бане в течение 2 мин., затем охладить содержимое пробирки под струей воды. Растворившийся при нагревании осадок иодида свинца вновь выпадает в виде красивых золотистых чешуек.

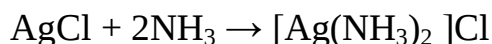
4. Хромат калия K_2CrO_4 выделяет из слабокислых растворов солей свинца (II) желтый осадок хромата свинца (II) $PbCrO_4$.

Осадок не растворяется в уксусной кислоте, но растворяется в азотной кислоте и щелочах. Реакция чувствительна и является характерной для ионов Pb^{2+} .

К 2 каплям раствора соли свинца (II) добавить 2 капли раствора хромата калия.

Реакции катиона серебра Ag^+

1. Хлороводородная кислота и растворимые хлориды осаждают из нейтральных и кислых растворов солей серебра в виде белого творожистого осадка хлорид серебра $AgCl$, легко растворимый в избытке аммиака с образованием комплексной соли:



В пробирку поместить 2 капли раствора нитрата серебра и добавить к нему 2 капли разбавленной хлороводородной кислоты. К полученному осадку прилить 5 капель конц. раствора аммиака; после встряхивания пробирки осадок растворяется.

2. Гидроксиды щелочных металлов NaOH или KOH осаждают из растворов солей серебра грязно-коричневый осадок оксида серебра.

К 2 каплям раствора нитрата серебра добавить 2 капли раствора щелочи.
3. Иодид калия KI образует с ионом Ag^+ светло-желтый осадок AgI , который не растворяется в растворе аммиака в отличие от хлорида серебра.

К 2 каплям раствора нитрата серебра добавить 2 капли раствора иодида калия.

4. Хромат калия K_2CrO_4 из растворов солей серебра осаждает кирпично-красный осадок хромат серебра Ag_2CrO_4 .

К 2 каплям раствора нитрата серебра добавить 2 капли раствора хромата калия.

Третья аналитическая группа катионов

Реакции катиона Ba^{2+}

1. Разбавленная серная кислота H_2SO_4 или растворимые сульфаты выделяют даже из очень разбавленных растворов осадок сульфата бария.

К 5 каплям раствора соли бария добавляют 5 капель разбавленной серной кислоты – выпадает белый осадок BaSO_4 , не растворимый в кислотах и щелочах.

2. Хромат калия K_2CrO_4 или хромат натрия Na_2CrO_4 осаждает из нейтральных или уксуснокислых растворов солей бария кристаллический осадок желтого цвета BaCrO_4 .

К 5 каплям раствора соли бария добавляют 5 капель раствора реактива – выпадает желтый кристаллический осадок BaCrO_4 .

3. Реакция окрашивания пламени

Летучие соли бария окрашивают пламя в желто-зелёный цвет. Соль бария (лучше BaCl_2) смачивают хлороводородной кислотой и вносят на платиновой проволоке или грифеле в пламя.

Реакции катиона Ca^{2+}

1. Разбавленная серная кислота H_2SO_4

Осаждение возможно только из концентрированных растворов солей кальция. Более полное осаждение происходит при добавлении к раствору этилового спирта.

К 3 каплям раствора соли кальция добавляют 3-4 капли раствора серной кислоты. К помутневшему раствору приливают 8-10 капель этилового спирта. Наблюдают выпадение белого осадка CaSO_4 .

2. Оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ дает на холоду в нейтральных, уксуснокислых или слабощелочных растворах солей кальция белый мелкокристаллический осадок CaC_2O_4 .

Осадок не растворим в уксусной кислоте, но легко растворим в минеральных кислотах (например, HCl). Эта реакция наиболее качественная на катион Ca^{2+} . *Реакцию нельзя проводить в присутствии солей бария, т.к. ион Ba^{2+} образует с оксалатом аммония белый осадок BaC_2O_4 .*

К 5 каплям раствора хлорида кальция добавляют 5 капель раствора оксалата аммония.

3. Гексацианоферрат (II) калия $K_4[Fe(CN)_6]$ с солями кальция образует белый мелкокристаллический осадок $CaK_2NH_4[Fe(CN)_6]$, нерастворимый в уксусной кислоте.

К 2 каплям раствора хлорида кальция добавляют 4-5 капель раствора буферной смеси и нагревают 1-2 мин на водяной бане. К горячему раствору прибавляют 5-6 капель раствора гексацианоферрата (II) калия. Вновь нагревают на водяной бане 2-3 мин., при этом выпадает осадок.

4. Реакция окрашивания пламени

Летучие соли кальция окрашивают пламя в кирпично-красный цвет. Реакция выполняется так же, как описано для катиона бария.

4. Подведение итогов.

Защита выполненных реакций.

Проверка оформления работы в тетради у преподавателя.

5. Домашнее задание.

(1) с. 134-159

Самостоятельная работа студентов

- создание материалов – презентаций «Катионы микро- и макроэлементов, их положение в Периодической системе Д.И.Менделеева и действие на организм человека».
- Решение экспериментальных ситуационных задач по качественному определению катионов I, II, III группы в растворе.
- Составление уравнений химических реакций к ситуационным задачам.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 2. РЕАКЦИИ КАТИОНОВ IV, V, VI ГРУППЫ

Значение темы:

Лаборатория любого профиля занимается анализом различных объектов, устанавливает качественный и количественный состав исследуемых соединений и смесей. Качественный анализ предшествует количественному анализу, т.к. результаты качественного анализа позволяют сделать правильный выбор методов количественного определения. Качественный анализ устанавливает, из каких химических элементов или ионов состоит анализируемое вещество.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- основные принципы качественного анализа;
- классификация катионов на аналитические группы;

- действие групповых реагентов;
- действие частных реагентов;
- способы проведения качественных реакций;

уметь:

- проводить частные реакции на 4,5,6 аналитические группы катионов;

овладеть ОК и ПК:

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, определять методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 11. Быть готовым брать на себя нравственные обязательства по отношению к природе, обществу и человеку.

ОК 12. Оказывать первую медицинскую помощь при неотложных состояниях.

ОК 13. Организовывать рабочее место с соблюдением требований охраны труда, производственной санитарии, инфекционной и противопожарной безопасности.

ОК 14. Вести здоровый образ жизни, заниматься физической культурой и спортом для укрепления здоровья, достижения жизненных и профессиональных целей.

ПК 1.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных общеклинических исследований.

ПК 1.2. Проводить лабораторные общеклинические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 3.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных биохимических исследований.

ПК 3.2. Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 6.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных санитарно-гигиенических исследований.

ПК 6.2. Проводить отбор проб объектов внешней среды и продуктов питания.

ПК 6.3. Проводить лабораторные санитарно-гигиенические исследования.

План изучения темы:

1. Актуализация знаний.

1. Какие ионы называются катионами?
2. На какие группы делятся катионы? На чем основана эта классификация?
3. На чем основаны химические методы анализа?
4. Что такое анализ сухим путем и анализ мокрым путем? Приведите примеры
5. Какими свойствами должны обладать аналитические реакции?
6. Какие аналитические реакции называются общими? Частными?
7. Что такое групповой реактив? Селективный? Специфический?
8. Назовите катионы IV аналитической группы?

9. Какой реактив является групповым для этих катионов? На чем основан выбор данного группового реактива?
10. Что такое амфотерность?
11. Назовите катионы V аналитической группы.
12. Какой реактив является групповым для этих катионов? На чем основан выбор данного группового реактива?
13. Напишите формулы продуктов реакции взаимодействия группового реактива с катионами V группы.
14. Чем отличается действие группового реактива V аналитической группы от действия группового реактива IV аналитической группы?
15. Назовите катионы VI аналитической группы?
16. Какой реактив является групповым для этих катионов? На чем основан выбор данного группового реактива?
17. Почему катионы VI аналитической группы имеют склонность к комплексообразованию?

2. Содержание темы.

Четвертая аналитическая группа катионов

Характеристика группы

К четвертой группе катионов относятся Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} .

Хорошо растворимы в воде нитраты, сульфаты, хлориды, бромиды и иодиды этих ионов.

Ионы Al^{3+} , Zn^{2+} - бесцветны, соединения Cr^{3+} окрашены в зеленый или фиолетовый цвет.

Гидроксиды катионов четвертой группы труднорастворимы и являются слабыми электролитами. Кроме того, они обладают амфотерными свойствами.

Групповым реактивом является NaOH в избытке. Гидроксиды алюминия, цинка и хрома (III) растворяются в избытке щелочи и при действии группового реактива переходят в раствор в виде соединений $\text{Na}[\text{AlOH}_4]$, $\text{Na}_2[\text{ZnOH}_4]$, $\text{Na}_3[\text{CrOH}_6]$. Ионы Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} способны к комплексообразованию.

Так как гидроксиды катионов четвертой аналитической группы являются очень слабыми основаниями, соли этих катионов в водных растворах гидролизуются. Соли очень слабых кислот, например, сульфиды и карбонаты алюминия и хрома, подвергаются необратимому гидролизу и не могут существовать в водных растворах.

Для соединений хрома (III) характерна склонность к окислительно-восстановительным реакциям, что используется при анализе.

Пятая аналитическая группа катионов

Характеристика группы

К пятой аналитической группе катионов относятся ионы Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} .

Ионы Mn^{2+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} бесцветны, ионы Fe^{2+} - бледно-зеленые, Fe^{3+} - желтые.

Нитраты, сульфаты и хлориды катионов пятой аналитической группы хорошо растворимы в воде.

Групповым реактивом является раствор NaOH.

Гидроксиды катионов этой группы – слабые труднорастворимые электролиты. Они не растворяются в избытке щелочи и растворе аммиака, чем отличаются от гидроксидов катионов четвертой и шестой групп.

Все соли катионов пятой группы подвергаются гидролизу, особенно соли железа (III) и висмута (III).

Ионы Bi^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} легко образуют комплексные соединения. Это свойство широко используется не только для открытия, но и для маскировки ионов Fe^{3+} .

Ионы пятой аналитической группы имеют переменную степень окисления (кроме магния), и поэтому для них характерны окислительно-восстановительные реакции. Это свойство используется для открытия ионов Mn^{2+} (окисление до фиолетового иона MnO_4^-) и ионов Bi^{3+} (восстановление до черного металлического висмута).

Свежеосажденные гидроксиды и сульфиды аморфны и способны довольно легко переходить в коллоидное состояние. Это усложняет анализ, т.к. коллоидные частицы не могут быть отделены центрифугированием. Поэтому осаждение следует вести в условиях, способствующих разрушению коллоидных систем, т.е. при нагревании раствора и прибавлении к нему электролита.

Шестая аналитическая группа катионов

Характеристика группы

К шестой аналитической группе катионов относятся катионы Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} .

Хлориды, сульфаты и нитраты этих катионов хорошо растворимы в воде. Растворы солей меди (II) окрашены в голубой цвет, кобальта (II) в розовый, никеля (II) – в зеленый.

Гидроксиды катионов этой группы являются труднорастворимыми слабыми электролитами. Гидроксиды $Cu(OH)_2$, $Hg(OH)_2$ неустойчивы и разлагаются на соответствующий оксид и воду: $Cu(OH)_2$ - при нагревании, $Hg(OH)_2$ - при обычной температуре.

Соли катионов шестой аналитической группы подвергаются гидролизу.

Для катионов этой группы характерны реакции комплексообразования. Групповым реактивом является раствор аммиака. С избытком аммиака образуются комплексные соединения: $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$, $[Hg(NH_3)_4]^{2+}$, $[Co(NH_3)_6]^{2+}$, $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$, $[Cd(NH_3)_4]^{2+}$, растворимые в воде.

Медь, ртуть и кобальт имеют переменную степень окисления, поэтому для них характерны окислительно-восстановительные реакции. Некоторые из этих реакций используются для открытия отдельных ионов (например, Hg^{2+}).

3. Самостоятельная работа студентов.

2. Лабораторная работа

Выполнение качественных реакций в соответствии с описанной методикой.

Оформление лабораторной работы в тетради:

Определяемый катион	Реактив	Условия проведения реакции	Наблюдения	Уравнения химических реакций

Четвертая аналитическая группа катионов

Реакции катиона Zn^{2+}

1. Гидроксиды щелочных металлов NaOH или KOH из раствора солей цинка выделяют белый студенистый осадок, растворимый в кислотах и в избытке щелочей.

К 5 каплям раствора соли цинка добавляют сначала 1-2 капли раствора гидроксида натрия или калия, а затем его избыток. Наблюдается выпадение и последующее растворение осадка.

2. Гексацианоферрат (III) калия $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ с солями цинка дает коричневато-желтый осадок $\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$. Осадок растворяется в хлороводородной кислоте и растворе аммиака.

К 5 каплям соли цинка добавить 5 капель раствора реактива.

3. Гексацианоферрат (II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ реагирует с солями цинка с образованием белого осадка $\text{Zn}_3\text{K}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$

К 5 каплям соли цинка добавить 5 капель раствора реактива.

Реакции катиона алюминия Al^{3+}

1. Гидроксиды щелочных металлов NaOH или KOH из раствора солей алюминия выделяют белый студенистый осадок, растворимый в кислотах и в избытке щелочей.

К 5 каплям раствора соли алюминия добавляют сначала 1-2 капли раствора гидроксида натрия или калия, а затем его избыток. Наблюдается выпадение и последующее растворение осадка.

Пятая аналитическая группа катионов

Реакции катиона железа (II) Fe^{2+}

1. Едкие щелочи осаждают гидроксид железа (II) бледно-зеленого цвета, который на воздухе быстро буреет вследствие окисления до гидроксида железа (III).

К 2 каплям раствора сульфата железа (II) прибавляют 2 капли раствора щелочи. Наблюдать изменение цвета при стоянии.

2. Гексацианоферрат (III) калия (красная кровяная соль) $K_3[Fe(CN)_6]$ выделяет темно-синий осадок турнбулевой сини. Это самая чувствительная реакция на соли железа (II), реакцию проводят в кислой среде, следует избегать избытка реактива.

2 капли раствора сульфата железа (II) подкисляют 1 каплей разбавленной серной кислоты и добавляют 1 каплю раствора красной кровяной соли.

3. Перманганат калия $KMnO_4$ окисляет ионы Fe^{2+} в Fe^{3+}

К 3 каплям раствора $FeSO_4$ добавляют 2 капли H_2SO_4 и 2-3 капли 0,1 н. раствора $KMnO_4$ и перемешивают. Наблюдают обесцвечивание раствора.

Реакции катиона железа (II) Fe^{3+}

1. Едкие щелочи осаждают бурый студенистый осадок гидроксида железа (III).

К 2 каплям раствора хлорида железа (II) добавляют 2 капли раствора щелочи.

2. Гексацианоферрат калия (II) (желтая кровяная соль) $K_4[Fe(CN)_6]$ осаждают осадок интенсивно синего цвета – берлинская лазурь.

Реакция очень чувствительна, осаждение проводят из нейтральных или кислых растворов.

К 2 каплям раствора хлорида железа (III) $FeCl_3$ добавляют 1 каплю раствора желтой кровяной соли.

3. Роданид калия $KSCN$ дает с раствором соли железа (III) кроваво-красное окрашивание.

Реакция обратима, поэтому для повышения её чувствительности реактив должен быть взят в избытке.

К 1 капле раствора хлорида железа (III) добавить 2 капли раствора роданида калия.

Реакции катиона магния

1. Едкие щелочи осаждают из растворов солей магния белый студенистый осадок гидроксида магния.

К 2 каплям раствора соли магния добавляют 2 капли раствора щелочи.

2. Гидрофосфат натрия Na_2HPO_4 является характерным реактивом на ион магния. Эта реакция является важнейшей качественной реакцией на ион Mg^{2+} . Реакцию нельзя проводить в присутствии остальных катионов пятой группы.

В пробирку помещают 2 капли раствора хлорида магния $MgCl_2$, 2 капли аммиака и раствора хлорида аммония до полного растворения осадка $Mg(OH)_2$. Затем к полученному раствору добавляют 1-2 капли раствора гидрофосфата натрия.

Данную реакцию можно проводить как микрокристаллоскопическую. На предметное стекло помещают по 1 капле растворов соли магния, аммиака и хлорида аммония. Смешивают эти капли. Рядом с этой смесью помещают 1 каплю раствора и соединяют их стеклянной палочкой, потирая по стеклу. Смесью слегка подсушивают над огнем и охлаждают. Выпавшие кристаллы рассматривают под микроскопом.

Шестая аналитическая группа катионов

Реакции катиона ртути (II) Hg^{2+}

1. Гидроксиды щелочных металлов NaOH и KOH осаждают из растворов солей ртути (II) желтый осадок оксида ртути. Осадок легко растворим в кислотах.

К 2 каплям раствора соли ртути (II) добавляют 2 капли раствора щелочи.

2. Иодид калия KI дает с солями ртути (II) оранжевый осадок иодида ртути (II). Осадок растворяется в избытке реактива с образованием бесцветной комплексной соли $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$

В пробирку помещают 2 капли раствора нитрата ртути (II) $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, добавляют к нему сначала 2 капли иодида калия, а затем его избыток.

Реакции катиона меди (I) Cu^{2+}

1. Водный раствор аммиака, взятый в избытке, образует с солями меди (II) комплексное соединение синего цвета.

К 2 каплям раствора соли меди (II) добавляют избыток раствора аммиака.

2. Гидроксиды щелочных металлов NaOH и KOH осаждают из растворов солей меди (II) голубой осадок гидроксида меди (II). Осадок растворим при действии концентрированного раствора аммиака.

К 2 каплям раствора соли меди (II) добавляют 2 капли раствора щелочи.

3. Гексацианоферрат (II) калия (желтая кровяная соль) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ выделяет из нейтральных или слабокислых растворов солей меди (II) красновато-коричневый осадок гексацианоферрата (II) меди (II). Осадок не растворим в разбавленных кислотах, но растворяется в аммиаке.

К 2 каплям раствора соли меди (II) добавляют 2 капли раствора желтой кровяной соли.

4. Иодид калия KI реагирует с солями меди (II) с образованием свободного иода и белого осадка иодида меди (I).

К 2 каплям раствора CuSO_4 добавляют 2 капли раствора иодида калия.

4. Подведение итогов.

Защита выполненных реакций.

Проверка оформления работы в тетради у преподавателя.

5. Домашнее задание.

(1) с. 159-175

Самостоятельная работа студентов:

- создание материалов – презентаций «Катионы микро- и макроэлементов, их положение в Периодической системе Д.И.Менделеева и действие на организм человека».

- Составление ситуационных задач в рисунках по определению катионов I – VI групп.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 3. РЕАКЦИИ АНИОНОВ

Значение темы:

Анионы I, II, III групп играют большую биологическую роль для жизнедеятельности живых организмов.

Для организма человека большое значение имеют фосфаты и карбонаты (I группа). Фосфатные и гидрокарбонатные буферные смеси поддерживают определенную величину pH внутренней среды организма. Наиболее важными анионами мочи являются ионы PO_4^{3-} , SO_4^{2-} .

Наличие карбонатов и сульфатов в питьевой воде определяет её бытовые и вкусовые качества. Кроме того, присутствие сульфатов неминерального происхождения является показателем санитарного загрязнения воды (сточными водами).

В качестве лекарственных средств гидрокарбонат натрия (при желудочных заболеваниях, при химических ожогах кислотой), борную кислоту (как антисептическое средство, при химических ожогах щелочами), сульфат магния (слабительное и гипотензивное средство).

Для организма большое значение имеют хлориды (II группа). Хлориды натрия и калия поддерживают осмотическое давление в клетках, участвуют в построении клеток. Иод участвует в образовании гормонов щитовидной железы.

Определение нитратов и нитритов (III группа) имеет большое значение для исследования питьевой воды. Наличие большого количества нитратов и нитритов является показателем непригодности воды для питья.

Органические производные азотной кислоты (например, нитроглицерин) используются как сердечные средства. Нитрит натрия и некоторые производные азотистой кислоты применяют при стенокардии.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- классификация анионов на аналитические группы;
- действие групповых реагентов;
- действие частных реагентов;
- способы проведения качественных реакций;

уметь:

- проводить частные реакции на аналитические группы анионов.

овладеть ОК и ПК:

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, определять методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 11. Быть готовым брать на себя нравственные обязательства по отношению к природе, обществу и человеку.

- ОК 12. Оказывать первую медицинскую помощь при неотложных состояниях.
- ОК 13. Организовывать рабочее место с соблюдением требований охраны труда, производственной санитарии, инфекционной и противопожарной безопасности.
- ОК 14. Вести здоровый образ жизни, заниматься физической культурой и спортом для укрепления здоровья, достижения жизненных и профессиональных целей.
- ПК 1.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных общеклинических исследований.
- ПК 1.2. Проводить лабораторные общеклинические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.
- ПК 3.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных биохимических исследований.
- ПК 3.2. Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.
- ПК 6.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных санитарно-гигиенических исследований.
- ПК 6.2. Проводить отбор проб объектов внешней среды и продуктов питания.
- ПК 6.3. Проводить лабораторные санитарно-гигиенические исследования.

План изучения темы:

1. Актуализация знаний.

1. Что лежит в основе классификации анионов?
2. Назовите и напишите анионы I аналитической группы. Какой реактив является групповым для этих анионов?
3. Назовите и напишите анионы II аналитической группы. Какой реактив является групповым для этих анионов?
4. Назовите и напишите анионы III аналитической группы. Имеется ли групповой реактив для этих анионов?

2. Содержание темы.

Особенности анализа анионов

Методика качественного анализа анионов отличается от методики качественного анализа катионов. В основе деления анионов на аналитические группы лежит различная растворимость бариевых и серебряных солей.

Первая группы анионов:

фосфат – ион PO_4^{3-} , сульфат – ион SO_4^{2-} , сульфит – ион SO_3^{2-} , тиосульфат – ион $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, карбонат – ион CO_3^{2-} , оксалат – ион $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, хромат – ион CrO_4^{2-} , дихромат – ион $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, борат – ион BO_2^- (или тетраборат – ион $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$).

Перечисленные ионы образуют с ионами Ba^{2+} труднорастворимые в воде соли. Групповым реактивом BaCl_2 является в нейтральной или слабощелочной среде.

Вторая группа анионов:

хлорид – ион Cl^- , бромид – ион Br^- , иодид – ион I^- , сульфид – ион S^{2-} , роданид – ион SCN^- .

Анионы второй группы образуют с ионами Ag^+ труднорастворимые в воде и нерастворимые в разбавленной азотной кислоте соли.

Групповым реактивом является AgNO_3 в присутствии разбавленной азотной кислоты.

Третья группа анионов:

нитрат – ион NO_3^- , нитрит – ион NO_2^- , ацетат- ион CH_3COO^- .

Серебряные и бариевые соли этих анионов хорошо растворимы в воде. Группового реактива нет.

Общепринятого систематического хода анализа анионов не имеется. Групповые реактивы применяются не для разделения групп, а для их обнаружения.

Первая аналитическая группа анионов

Характеристика группы

К первой аналитической группе относятся анионы:

фосфат – ион PO_4^{3-} , сульфат – ион SO_4^{2-} , сульфит – ион SO_3^{2-} , тиосульфат – ион $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, карбонат – ион CO_3^{2-} , оксалат – ион $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, хромат – ион CrO_4^{2-} , дихромат – ион $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, борат – ион BO_2^- (или тетраборат – ион $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$).

Анионы CrO_4^{2-} окрашены в желтый цвет, а анионы $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ – в оранжевый цвет. Все остальные анионы данной группы бесцветны.

Групповым реактивом BaCl_2 является в нейтральной или слабощелочной среде, при этом образуются труднорастворимые в воде бариевые соли. Бариевые соли анионов растворимы в кислотах, за исключением BaSO_4 .

Вторая аналитическая группа анионов

Характеристика группы

Ко второй аналитической группе относятся:

хлорид – ион Cl^- , бромид – ион Br^- , иодид – ион I^- , сульфид – ион S^{2-} , роданид – ион SCN^- .

Анионы бесцветны.

Групповым реактивом является AgNO_3 в присутствии разбавленной азотной кислоты. Анионы второй группы образуют с ионами Ag^+ труднорастворимые в воде и нерастворимые в разбавленной азотной кислоте соли.

Бариевые соли анионов второй группы растворимы в воде.

Третья аналитическая группа анионов

Характеристика группы

К третьей аналитической группе относятся:

нитрат – ион NO_3^- , нитрит – ион NO_2^- , ацетат- ион CH_3COO^- .

Серебряные и бариевые соли этих анионов хорошо растворимы в воде, вследствие чего ни AgNO_3 , ни BaCl_2 не осаждают анионы третьей группы. Группового реактива нет.

3. Самостоятельная работа студентов.

Лабораторная работа

Выполнение качественных реакций в соответствии с описанной методикой.

При выполнении частных реакций на анионы следует иметь в виду, что внешний вид осадков многих ионов, полученных с бариевыми или серебряными солями, одинаков. Поэтому особое внимание следует уделить наблюдению над характером и степенью растворимости тех или иных осадков в кислотах или других реактивах. Растворимым в данной кислоте считают такой осадок, который будучи полученным из 2-3 капель раствора, растворяется при добавлении нескольких капель разбавленной кислоты (примерно 2 н.) без остатка или с небольшим остатком.

8. Результаты опытов оформляются в тетради по схеме

Определяемый катион	Реактив	Наблюдения	Условия растворимости осадка	Уравнения химических реакций

Анионы первой аналитической группы

Реакции сульфат – иона SO_4^{2-}

1. Хлорид бария BaCl_2 осаждает из разбавленных растворов сульфатов белый осадок сульфата бария, который не растворим в кислотах.

К 2 каплям раствора сульфата натрия Na_2SO_4 добавляют 2 капли раствора хлорида бария BaCl_2 .

Реакции карбонат – иона CO_3^{2-}

1. Хлорид бария BaCl_2 из растворов карбонатов осаждает белый осадок карбоната бария.

Осадок легко растворим в разбавленных соляной, азотной и уксусной кислотах. При стоянии он становится кристаллическим и значительно более плотным.

К 5 каплям раствора карбоната натрия Na_2CO_3 добавляют 2-3 капли раствора хлорида бария BaCl_2 . Проверить растворение осадка в кислотах.

2. Кислоты разлагают все карбонаты с бурным выделением оксида углерода (IV). Эта реакция очень характерна для карбонатов, выделяющийся углекислый газ вызывает помутнение известковой воды

К 2 каплям раствора карбоната натрия Na_2CO_3 добавляют по каплям разбавленную соляную (или другую) кислоту.

Реакции фосфат – иона PO_4^{3-}

1. Хлорид бария BaCl_2 выделяет из растворов фосфатов и гидрофосфатов белый осадок. Осадок легко растворим в минеральных кислотах (кроме серной) и в уксусной кислоте.

К 4 каплям раствора гидрофосфата натрия Na_2HPO_4 добавляют 4 капли раствора хлорида бария. Проверяют растворимость осадка в разбавленной соляной кислоте.

2. Нитрат серебра AgNO_3 дает с фосфат – ионом желтый осадок фосфата серебра.

К 4 каплям раствора фосфата натрия Na_3PO_4 прибавляют 4 капли раствора нитрата серебра.

Реакции оксалат – иона $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$

1. Хлорид бария BaCl_2 с анионами $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ образует белый осадок оксалата бария BaC_2O_4 . Осадок растворим в соляной, азотной кислоте и в уксусной при нагревании.

К 5 каплям оксалата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ прибавляют 5 капель хлорида бария.

2. Хлорид кальция CaCl_2 образует с оксалат – ионами белый кристаллический осадок оксалата кальция. Осадок растворяется в минеральных кислотах, но не растворяется в уксусной кислоте.

К 3 – 4 каплям оксалата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ прибавляют 4 капли хлорида кальция.

Реакции тиосульфат – иона $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

1. Хлорид бария BaCl_2 с анионами $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ образует белый осадок тиосульфата бария BaS_2O_3 . Осадок растворяется в кипящей воде и разбавленных минеральных кислотах (кроме серной кислоты).

К 2-3 каплям тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ прибавляют столько же хлорида бария и потирают стенки пробирки стеклянной палочкой.

2. Нитрат серебра AgNO_3 образует с растворимыми тиосульфатами белый осадок $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$, который быстро становится желтым, затем бурым и наконец черным вследствие перехода в сульфид серебра.

К 1-2 каплям тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ прибавляют 3-4 капли нитрата серебра.

*** Реакции борат - ионов BO_2^- ($\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$)**

1. Этиловый спирт и концентрированная серная кислота при взаимодействии с сухой борной кислотой или боратами образует борноэтиловый эфир, который окрашивает пламя в ярко-зелёный цвет.

К сухой борной кислоте добавить 5 капель конц. серной кислоты и 10 капель этилового спирта, смесь перемешать стеклянной палочкой и поджечь.

Анионы второй аналитической группы

Реакции хлорид – иона Cl^-

1. Нитрат серебра AgNO_3 дает с ионом Cl^- белый творожистый осадок хлорида серебра. Осадок не растворим в азотной кислоте, но легко растворим в аммиаке с образованием комплексного соединения

К 2 каплям раствора хлорида натрия NaCl прибавляют 2 капли раствора нитрата серебра. К выпавшему осадку прибавляют концентрированный раствор аммиака до растворения осадка.

Реакции бромид – иона Br^-

1. Нитрат серебра AgNO_3 дает с ионами Br^- желтовато-белый осадок бромида серебра. Осадок не растворим в азотной кислоте, плохо растворим в аммиаке, хорошо растворяется в растворе тиосульфата натрия.

К 2 каплям бромида натрия NaBr прибавляют 2 капли раствора нитрата серебра.

2. Хлорная вода, прибавленная к раствору бромида, выделяет из него свободный бром, который растворяется в хлороформе, окрашивая слой растворителя в оранжевый цвет

К 3 каплям раствора бромида натрия NaBr прибавляют 0,5 мл хлороформа и затем по каплям, при энергичном встряхивании, 2-3 капли хлорной воды.

Реакции иодид – иона I^-

1. Нитрат серебра AgNO_3 выделяет из иодидов светло-желтый творожистый осадок иодида серебра. Осадок не растворяется в азотной кислоте, растворе аммиака, плохо растворим в растворе тиосульфата натрия.

К 2 каплям раствора иодида калия KI добавляют 2 капли раствора нитрата серебра.

2. Нитрат или ацетат свинца (II) осаждают иодид свинца (II) - осадок желтого цвета, растворимый в горячей воде и вновь выделяющийся при охлаждении в виде золотистых чешуек.

К 3 каплям раствора иодида калия KI добавляют 2-3 капли соли свинца (II). К образовавшемуся осадку добавляют 1 мл воды 2-3 капли уксусной кислоты и нагревают до полного растворения осадка. Охлаждают полученный раствор и наблюдают образование золотистых кристаллов иодида свинца (II).

3. Хлорная вода, прибавленная к раствору иодида, выделяет из него свободный иод, который растворяется в хлороформе, окрашивая слой растворителя в красновато-фиолетовый цвет.

3 капли раствора иодида калия подкисляют 1 каплей раствора серной кислоты, прибавляют 0,5 мл хлороформа и затем по каплям, при энергичном встряхивании, 2-3 капли хлорной воды.

Анионы третьей аналитической группы

Реакции нитрит – иона NO_2^-

1. Разбавленная серная кислота H_2SO_4 разлагает все нитриты на холоду с выделением бурого газа – оксида азота (IV). Даже небольшое нагревание усиливает разложение азотистой кислоты.

Концентрированная серная кислота реагирует точно также, но более энергично. К 2 каплям раствора нитрита натрия NaNO_2 добавляют 2 капли раствора серой кислоты. Выделяющийся бурый газ удобнее наблюдать на фоне белой бумаги.

Реакции нитрат – иона NO_3^-

1. Реакция с медью и серной кислотой.

Анион NO_3^- восстанавливается свободной медью в присутствии серной кислоты до оксида азота (II). Оксид азота (II) бесцветен, но может быть обнаружен вследствие окисления его кислородом воздуха до оксида азота (IV). К 2-3 каплям нитрата натрия NaNO_3 добавить 2-3 капли концентрированной серной кислоты и стружки меди.

2. Реакция с дифениламином (C_6H_5)₂NH.

Органический реактив дифениламин (C_6H_5)₂NH окисляется анионом NO_3^- до продукта реакции, имеющего темно-синюю окраску.

На сухое предметное стекло помещают 3-4 капли дифениламина в концентрированной серной кислоте и добавляют 1 каплю раствора нитрата натрия NaNO_3 . После перемешивания наблюдают появление интенсивного синего окрашивания.

Реакции ацетат – иона CH_3COO^-

1. Серная кислота H_2SO_4 вытесняет уксусную кислоту из её солей, которую можно обнаружить по характерному запаху.

В пробирку помещают 6-8 капель раствора ацетата натрия и 6 капель серной кислоты, слегка нагревают.

2. Хлорид железа (III) FeCl_3 с ацетат – ионами образует ацетат железа (III) $(\text{CH}_3\text{COO})_3\text{Fe}$, окрашенный в красно-бурый цвет. При разбавлении водой и нагревании вследствие гидролиза ацетата железа (III) образуется красно-бурый осадок ацетатдигидроксида железа (III)

К 8 каплям раствора ацетата натрия CH_3COONa добавляют 3-4 капли раствора хлорида железа (III), затем добавляют 1 мл кипящей воды. После охлаждения смеси появляются красно-бурые хлопья.

4. Подведение итогов.

Защита выполненных реакций.

Проверка оформления работы в тетради у преподавателя.

5. Домашнее задание.

(1) с. 175-182

Самостоятельная работа студентов:

- Составление ситуационных задач в рисунках по определению анионов и катионов.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 4. ИТОГОВОЕ ЗАНЯТИЕ «ОСНОВЫ КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА»

Значение темы:

Лаборатория любого профиля занимается анализом различных объектов, устанавливает качественный и количественный состав исследуемых соединений и смесей. Качественный анализ предшествует количественному

анализу, т.к. результаты качественного анализа позволяют сделать правильный выбор методов количественного определения. Качественный анализ устанавливает, из каких химических элементов или ионов состоит анализируемое вещество.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- задачи и методы качественного анализа;
- классификацию катионов и анионов на аналитические группы;
- действие групповых реагентов;
- действие частных реагентов;
- способы проведения качественных реакций;

уметь:

- проводить частные реакции на катионы и анионы;

овладеть ОК и ПК:

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, определять методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 3. Принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести за них ответственность.

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

ОК 7. Брать ответственность за работу членов команды (подчиненных), за результат выполнения заданий.

ОК 11. Быть готовым брать на себя нравственные обязательства по отношению к природе, обществу и человеку.

ОК 13. Организовывать рабочее место с соблюдением требований охраны труда, производственной санитарии, инфекционной и противопожарной безопасности.

ПК1.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных общеклинических исследований.

ПК 1.2. Проводить лабораторные общеклинические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК3.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных биохимических исследований.

ПК 3.2. Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 6.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных санитарно-гигиенических исследований.

ПК 6.2. Проводить отбор проб объектов внешней среды и продуктов питания.

ПК 6.3. Проводить лабораторные санитарно-гигиенические исследования.

ПК 6.4. Регистрировать результаты санитарно-гигиенических исследований.

План изучения темы:

1. Контроль знаний.

Тестирование.

2. Конкурс

Группа делится на три команды, выбирается капитан.

1 тур – проверка теоретических знаний по карточкам.

2 тур – домашнее задание. Решение ситуационных задач в рисунках.

3 тур – экспериментальный - имитационная игра «Экологическая катастрофа».

Ситуация: В результате сброса промышленных отходов произошло загрязнение воды рек Мана, Енисей и Кача. В лабораторию поступили пробы из этих рек.

Задания группам:

1. Проверить воду рек на наличие ионов Ca^{2+} , Fe^{3+} , Cl^- , Mg^{2+} , Fe^{2+} , SO_4^{2-} , K^+ , NH_4^+ , Br^-

2. Сделать заключение о качестве воды, выяснить влияние данных ионов на организм человека.

Группы работают по вариантам. По окончании предоставляют отчет о проделанной работе, сопровождающийся схемой открытия ионов и краткими ионными уравнениями.

4. Подведение итогов.

Критерии оценки итогового занятия по основам качественного анализа

1.Тестирование	количество баллов равно числу правильных ответов
Критерии оценки конкурса	
2. Теоретический	
- определения	3 балла
- составление уравнений химических реакций	1 балл за правильное уравнение
3. Домашнее задание	
- вопросы	2 балла
- ответы	3 балла
4. Экспериментальный	
- правильно определены ионы	6 баллов
- активность в группе	2 балла (по решению капитана)
- соблюдение ТБ	5 баллов на группу

- оценка влияние ионов на организм человека	3 балла
---	---------

Результаты конкурса определяются суммой баллов за три этапа конкурса. Победителям добавляется 1 балл к индивидуальному рейтингу.

Индивидуальная оценка каждого обучающегося вычисляется из расчета максимальной суммы баллов, которую набрал обучающийся группы:

100-90% - 5

89 - 75% - 4

74 - 65% - 3

5. Домашнее задание

(1) С. 192 - 200.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 5. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ ТИТРИМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. АЛКАЛИМЕТРИЯ

Значение темы:

Кислотно-основной метод применяется для количественного определения кислот и щелочей, а также некоторых солей, образованных сильными основаниями и слабыми кислотами (Na_2CO_3 , $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$). В клинических лабораториях - для определения кислотности желудочного сока. В санитарно-гигиенических лабораториях этот метод используется при определении карбонатной жесткости воды, кислотности молочных продуктов, квашенной капусты и безалкогольных напитков.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- задачи и сущность титриметрического метода анализа;
- требования к реакциям в титриметрическом анализе;
- способы приготовления и требования, предъявляемые к стандартным (рабочим) растворам;
- расчетные формулы в титриметрическом анализе;
- лабораторная посуда и оборудование, используемые в анализе;
- теоретические основы метода алкалиметрии: рабочий раствор, установочные вещества, индикаторы.

уметь:

- проводить титрование растворов с помощью бюретки;
- фиксировать точку эквивалентности;

- выполнять расчеты по результатам анализ.

овладеть ОК и ПК:

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, определять методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 13. Организовывать рабочее место с соблюдением требований охраны труда, производственной санитарии, инфекционной и противопожарной безопасности.

ПК 1.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных общеклинических исследований.

ПК 1.2. Проводить лабораторные общеклинические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 3.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных биохимических исследований.

ПК 3.2. Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 6.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных санитарно-гигиенических исследований.

ПК 6.3. Проводить лабораторные санитарно-гигиенические исследования.

ПК 6.4. Регистрировать результаты санитарно-гигиенических исследований.

План изучения темы:

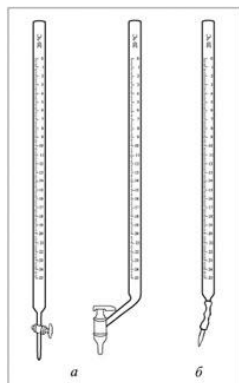
1. Актуализация знаний.

1. Какой процесс называется титрованием?
2. Какой раствор в титриметрическом анализе называется стандартным (рабочим) раствором?
3. Перечислите способы приготовления стандартного раствора.
4. Что такое точка эквивалентности? Как ее фиксируют?
5. Назовите виды мерной посуды, применяемые для точного отмеривания жидкостей? Правила отмеривания жидкостей с помощью мерной колбы, градуированной пипетки.
6. Какая реакция лежит в основе метода алкалиметрии? Содержание каких веществ можно определить этим методом?
7. Какие вещества применяют в качестве титрантов в алкалиметрии?
8. Почему растворы титрантов нельзя приготовить по точной взятой навеске? Какие установочные вещества при этом применяются?
9. Какие кислотно-основные индикаторы применяются в методе?
10. Решите задачу: приготовить 100мл 0,1н раствора гидроксида натрия.

2. Содержание темы.

Общие указания по титрованию

Титрование представляет собой постепенное приливание раствора жидкости известной концентрации – **стандартного раствора** – к раствору другой жидкости неизвестной концентрации, но точно известного объема.



Приливание стандартного раствора производится при помощи бюретки. Бюретка – узкая трубка с делениями, указывающими объем вылитой из нее жидкости. Наиболее распространены бюретки с притертыми кранами (рис. 1, а), но в учебных лабораториях предпочитают вместо кранов использовать резиновые трубки с металлическим зажимом или с «бусинкой» в резиновой трубке (рис. 1, б).

Рис. 1. Бюретки с зажимом, краном (а) и «бусинкой» (б)

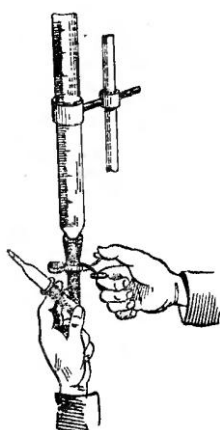


Рис. 2. Удаление воздуха из кончика бюретки

Правила работы с бюреткой

- Установить бюретку вертикально в лапке штатива, вставить воронку.
- Промыть бюретку дистиллированной водой.
- Промыть бюретку рабочим раствором на $\frac{2}{3}$ объема бюретки.
- Заполнить бюретку рабочим раствором, чтобы уровень жидкости приходился выше нулевого деления.
- При работе с бюреткой важно обратить внимание, чтобы в нижней части бюретки не оставалось пузырьков воздуха. У бюретки с носиком (стеклянная трубка с оттянутым в капилляр концом) и бусинкой или зажимом достаточно загнуть носик бюретки вверх и, ослабив зажим, вытеснить воздух протекающей жидкостью. (рис. 2) Из бюретки со стеклянным краном удалить пузырек воздуха труднее. Следует на мгновение полностью открыть кран и сильной струей жидкости вытолкнуть пузырек. Если пузырек не удаляется и прилип к стеклу, значит, бюретка плохо промыта

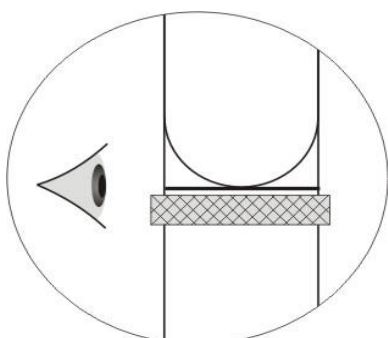


Рис. 3. Положение мениска на метке

- Затем, осторожно приоткрывая кран, следует установить уровень жидкости на нулевое деление. Уровень жидкости прозрачных растворов устанавливают по нижнему мениску, а непрозрачных по верхнему.

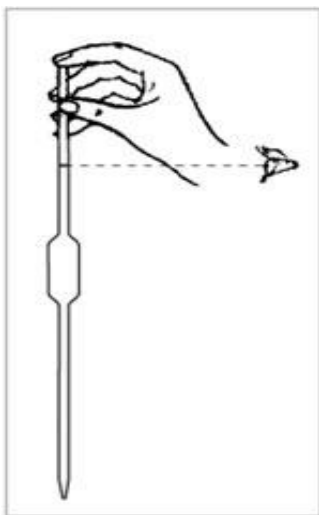


Рис. 4. Отмеривание объема жидкости с помощью пипетки

Правила работы с пипеткой

Пипетку перед отмериванием необходимого объема, с помощью резиновой груши, промывают водой, затем раствором, который необходимо отмерить. Наполнение пипетки проводят следующим образом, на верхний конец пипетки надевают резиновую грушу, а нижний конец опускают в сосуд с жидкостью. Сжиманием груши из пипетки вытесняют такой объем воздуха, который после разжатия груши будет замещен немного большим объемом жидкости. Подняв нижний край пипетки над поверхностью жидкости в сосуде, слегка сжимая грушу,

выливают из пипетки по каплям жидкость, чтобы остался обозначенный на пипетке объем жидкости, который и переносят в колбу. После вытекания жидкости пипетку не встряхивают и не продувают для удаления оставшейся на стенках жидкости.

Техника титрования

Бюретку заполняют титрантом (как описано выше). Под бюретку ставят коническую колбу с исследуемым раствором, так чтобы кончик бюретки немного входил в колбу, но не опускался слишком низко. Под колбу надо положить лист белой бумаги.

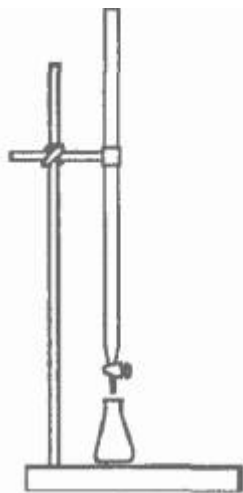


Рис. 5
Установка для титрования

Во время титрования кран или зажим регулируют левой рукой, а колбу держат в правой руке.

Рабочий раствор приливают в колбу по каплям, постоянно перемешивая содержимое колбы круговыми движениями.

Перед каждым титрованием объем в бюретке необходимо доводить до нулевой метки.

Если при титровании наступает момент, когда нельзя сказать с уверенностью, достигнута конечная точка или нет, следует записать показания бюретки, прибавить еще одну каплю раствора и наблюдать, происходит ли заметное изменение в окраске раствора.

Результаты титрования считаются правильными, если после 2-3 параллельных проб количество пошедшего на титрование раствора различается не более чем на 0,1мл. В случае большего расхождения титрование надо повторить.

Вычисление результатов определений в титриметрическом методе

Вещества реагируют между собой в эквивалентных количествах. Этот закон кратных отношений Дальтона служит основой количественных расчетов в титриметрии: $C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$

Концентрацию растворов *вторичных стандартов* (титрантов, рабочих растворов), которые готовят приблизительной концентрации, а точную устанавливают путем титрования, рассчитывают по формуле:

$$C_X = \frac{C_T \cdot V_T}{V_X}$$

концентрация, объем титранта (C_T , V_T)
объем раствора определяемого вещества (V_X)
Для нахождения процентного содержания вещества используют метод пипетирования. Метод пипетирования, заключается в титровании порций раствора (аликвот), отбираемых пипеткой из мерной колбы, определенного объема, в которой растворена навеска анализируемого вещества.

$$\omega\%(x) = \frac{M(x) \cdot C_T \cdot V_T \cdot V_K \cdot 100\%}{1000 \cdot V_1 \cdot V_X}$$

V_1 – порция раствора взятая для разведения

V_X – порция раствора (аликвота) взятая для анализа

V_T – среднее арифметическое из результатов параллельных титрований

V_K – объем колбы в которой проводилось разведение

M_x – молярная масса эквивалента определяемого вещества

C_T – концентрация титранта.

3. Самостоятельная работа студентов.

1. Отработка техники титрования

Подготовленную к работе бюретку вместимостью 25 мл закрепите в штативе. Ополосните её 3-4 раза и заполните дистиллированной водой. Выпустите пузырек воздуха из носика и доведите уровень жидкости до нулевой точки.

Перенесите с помощью пипетки (градуированной или Мора) 10 мл дистиллированной воды в коническую колбу. Подставьте под бюретку коническую колбу. Открывая кран или зажим, выпускайте из бюретки жидкость то по 2-3 капли, то по одной капле, одновременно перемешивая жидкость в колбе. Эту операцию повторите несколько раз, до тех пор, пока её не освоите.

Требования по оформлению работы в тетради

1. Дата и тема.

2. Наименование практической работы.

Оформить в таблице:

3. Краткое описание выполнения работы (реактивы и оборудование, используемые в работе, ход работы, уравнения химических реакций).
4. Результаты практической работы (результаты титрования).
5. Расчеты (основные формулы для расчетов, расчеты).

дд.мм.гг. Тема: Алкалиметрия

Посуда, реактивы, оборудование	Ход работы	Уравнение реакции	Объем раствора пошедшего на титрование	Результаты титрования (формулы, расчеты)
Наименование работы: Стандартизация 0,1н раствора гидроксида натрия				
бюретка, коническая колба, химический стакан, пипетка на 5мл. 0,1Н NaOH; 0,1Н HCl; фенолфталеин, дистиллированная вода	1. Бюретку заполнить раствором NaOH. 2. 3.	$\text{NaOH} + \text{HCl} \rightarrow \text{NaOH} + \text{H}_2\text{O}$ $\text{OH}^- + \text{H}^+ \rightarrow \text{H}_2\text{O}$	V_1 V_2 V_3 $V_{\text{ср}}$	$C_x = \frac{C_t \cdot V_t}{V_x}$

2. Стандартизация 0,1н раствора гидроксида натрия

1. Промыть бюретку дистиллированной водой. Затем на 2/3 объема промыть раствором NaOH.
2. Бюретку заполнить раствором 0,1н NaOH.
3. Пипетку на 5мл промыть 0,1н раствором HCl
4. В колбу для титрования отмерить 5мл 0,1н раствора HCl.
5. Добавить в колбу для титрования 1-2 капли индикатора фенолфталеина, титровать до появления слабозеленого окрашивания.
6. Провести 3 титрования и рассчитать средний объем.

3. Определение массовой доли соляной кислоты в исследуемом растворе

1. В бюретке довести раствор гидроксида натрия NaOH до нулевой метки.
2. В мерную колбу на 100мл, где предварительно налито 1/2 воды, отмерить мерной пипеткой 2мл раствора HCl неизвестной концентрации. **Обязательно** раствор перелить в химический стакан и хорошо перемешать.
3. Довести разведение в колбе водой до метки.

4. В колбу для титрования взять 5 мл приготовленного раствора и к нему добавить 2 капли метилоранжа.
5. Титровать раствор кислоты до перехода окраски от розового до желтого.

Определить массовую долю соляной кислоты по формуле:

$$\omega\% = \frac{M_{\text{э}}(\text{HCl}) * C_{\text{э}}(\text{NaOH}) * V(\text{NaOH}) * V_{\text{колбы}} * 100 \%}{1000 * V_1(\text{HCl}) * V_2(\text{HCl}) \text{ (взятой для анализа)}}$$

4. Подведение итогов.

Проверка расчетов по результатам титрования.

Проверка оформления работы в тетради у преподавателя.

5. Домашнее задание.

(1) с. 183 - 192, 201-209

Самостоятельная работа студентов:

- Решение задач по титриметрическим определениям.
- Конспектирование «Типы гравиметрических определений, применение в медицинских лабораториях».

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 6. ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЯ

Значение темы:

Перманганатометрическое титрование применяется в биологической химии, клиническом анализе и санитарно-химических лабораториях. Этим методом определяют активность каталазы крови, окисляемость воды, содержание ионов кальция в сыворотке крови, в продуктах питания, глюкозы в крови и витамина Р, катехинов.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- теоретические основы метода перманганатометрии;
- условия проведения титриметрического определения: среда раствора, температура, катализаторы;
- применение перманганатометрии в лабораторном и химическом анализе;
- расчетные формулы в титриметрическом анализе;
- лабораторную посуду и оборудование, используемые в анализе.

уметь:

- проводить титрование растворов;
- фиксировать точку эквивалентности;
- выполнять расчеты в титриметрическом анализе;

овладеть ОК и ПК:

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, определять методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 13. Организовывать рабочее место с соблюдением требований охраны труда, производственной санитарии, инфекционной и противопожарной безопасности.

ПК 3.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных биохимических исследований.

ПК 3.2. Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 6.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных санитарно-гигиенических исследований.

ПК 6.3. Проводить лабораторные санитарно-гигиенические исследования.

ПК 6.4. Регистрировать результаты санитарно-гигиенических исследований.

План изучения темы:**1. Актуализация знаний.**

1. Дайте характеристику методу перманганатометрии: основное уравнение метода, рабочий раствор.
2. Почему нельзя приготовить точный титрованный раствор KMnO_4 ?
3. Какие установочные вещества применяют для стандартизации рабочего раствора перманганата калия?
4. Какую кислоту используют для подкисления раствора в методе перманганатометрии. Почему не применяются растворы соляной и азотной кислоты?
5. Какие дополнительные условия ускоряют химическую реакцию между KMnO_4 и восстановителем.
6. Напишите формулу расчета молярной массы эквивалента $M_{\text{э}}$ окислителя, восстановителя.
7. Решите задачу: приготовить 100мл 0,1н раствора перманганата калия.

2. Содержание темы.

Перманганатометрией называется титриметрический метод, в котором в качестве титранта применяется перманганат калия.

Основное уравнения метода: $\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5\text{e}^- \rightarrow \text{Mn}^{+2} + 4\text{H}_2\text{O}$

Перманганат калия является сильным окислителем особенно в кислой среде. Кроме того, окислительная активность перманганата калия в кислой среде гораздо выше, чем в щелочной или нейтральной.

Титрованный раствор перманганата калия по точной навеске приготовить нельзя т.к. он всегда содержит примеси, чаще оксида марганца $+4$, кроме того он восстанавливается под влиянием органических веществ которые

присутствуют в воде. В следствии этого концентрация раствора KMnO_4 в первое время после приготовления уменьшается, поэтому раствор готовят приблизительной концентрации, а затем стандартизируют.

Установочным веществом служит щавелевая кислота: $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Реакция щавелевой кислоты с KMnO_4 проходит с небольшой скоростью. Поэтому **титрование проводят в нагретом растворе (70°). Реакция ускоряется и за счет действия катализатора, роль которого выполняют ионы марганца $+2$.** Они образуются только в процессе титрования, а в самом начале титрования катализатор отсутствует, поэтому первые порции раствора KMnO_4 реагируют медленно.

Ионы марганца $+7$ придают раствору KMnO_4 малиновую окраску, в процессе титрования раствор обесцвечивается. В момент, когда в растворе не останется восстановителя, от прибавления одной капли KMnO_4 титруемая смесь приобретает розовую окраску. Т.о. точка эквивалентности фиксируется при помощи самого же титранта и индикатор не используется.

3. Самостоятельная работа студентов.

Требования по оформлению работы в тетради

1. Дата и тема.
 2. Наименование практической работы.
- Оформить в таблице:*
3. Краткое описание выполнения работы (реактивы и оборудование, используемые в работе, ход работы, уравнения химических реакций).
 4. Результаты практической работы (результаты титрования).
 5. Расчеты (основные формулы для расчетов, расчеты).

1. Стандартизация раствора перманганата калия по щавелевой кислоте

1. Промыть бюретку дистиллированной водой, затем раствором перманганата калия на $2/3$ объема.
2. Заполнить бюретку рабочим раствором перманганата калия по верхнему мениску.
3. Промыть пипетку раствором щавелевой кислоты.
4. Отмерить пипеткой 5мл щавелевой кислоты и перенести щавелевую кислоту в колбу для титрования.
5. Мерным цилиндром (на 25мл) отмерить 8мл 2н серной кислоты.
6. Смесь нагреть до $70-80^\circ\text{C}$ на водяной бане.
7. Откапать 2 капли перманганата калия в горячий раствор кислоты, перемешивая дожидаться обесцвечивания.
8. Титровать до появления слабозеленого окрашивания, не исчезающего 1 минуту.
9. Провести 3 титрования и рассчитать концентрацию.

2. Определение массовой доли перекиси водорода в растворе

1. В бюретке довести раствор перманганата калия до нулевой метки.
2. В мерную колбу на 100 мл отмерить пипеткой 2 мл перекиси водорода, объем доводят очищенной водой до метки. **! Обязательно** раствор перелить в химический стакан и хорошо перемешать.
3. Из разведения пипеткой отмерить 5 мл в колбу для титрования.
4. В колбу для титрования мерным цилиндром (градуированной пробиркой) отмерить 5 мл 2н серной кислоты.
5. Титровать рабочим раствором до появления не исчезающей розовой окраски.
6. Произвести 3 титрования и рассчитать концентрацию.

Определить массовую долю перекиси водорода можно по формуле:

$$\omega\% = \frac{M_z(\text{H}_2\text{O}_2) * C_z(\text{KMnO}_4) * V(\text{KMnO}_4) * V_{\text{колбы}} * 100 \%}{1000 * V_1(\text{H}_2\text{O}_2) * V_2(\text{H}_2\text{O}_2) \text{ (взятой для анализа)}}$$

4. Подведение итогов.

Проверка расчетов по результатам титрования.

Проверка оформления работы в тетради у преподавателя.

5. Домашнее задание.

(1) с. 209 - 212, 217 - 221

Самостоятельная работа студентов:

- Решение задач по титриметрическим определениям.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 7. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЯ

Значение темы:

Методы комплексонометрического титрования нашли применение в биохимическом и клиническом анализе, в практике санитарно-химических лабораторий, бассейновых инспекций. С их помощью контролируют содержание ряда компонентов (кальция хлора, железа, фосфора, магния, глюкозы в крови, моче) особое значение данного метода в определении жесткости воды и контроле ее состава.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- теоретические основы метода комплексонометрии;
- условия проведения комплексонометрии;
- требования, предъявляемые к индикаторам комплексонометрии;
- расчетные формулы в титриметрическом анализе;

- лабораторную посуду и оборудование, используемые в анализе.

уметь:

- проводить титрование растворов;
- фиксировать точку эквивалентности;
- выполнять расчеты в титриметрическом анализе;

овладеть ОК и ПК:

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, определять методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 13. Организовывать рабочее место с соблюдением требований охраны труда, производственной санитарии, инфекционной и противопожарной безопасности.

ПК 1.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных общеклинических исследований.

ПК 6.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных санитарно-гигиенических исследований.

ПК 6.2. Проводить отбор проб объектов внешней среды и продуктов питания.

ПК 6.3. Проводить лабораторные санитарно-гигиенические исследования.

ПК 6.4. Регистрировать результаты санитарно-гигиенических исследований.

План изучения темы:

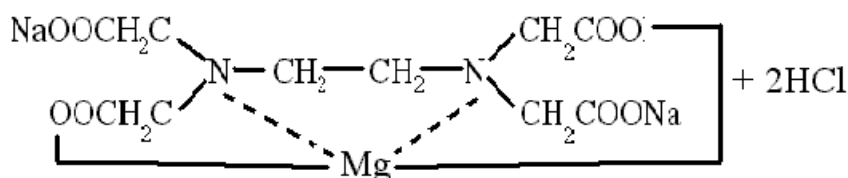
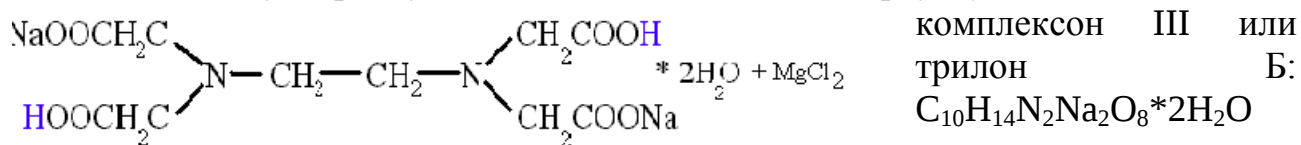
1. Актуализация знаний.

1. Характеристика метода комплексонометрии: реакция, лежащая в основе метода, рабочий раствор.
2. Для чего при комплексонометрическом титровании добавляют аммиачно-буферную смесь?
3. Какие индикаторы применяют при титровании трилоном Б? Как индикаторы изменяют цвет в процессе титрования?
4. Где находит применение метод комплексонометрии?

2. Содержание темы.

Комплексонометрический метод основан на реакции комплексообразования катионов металлов с комплексоном (это органические реактивы, способные образовывать комплексы с большим числом катионов).

В качестве титрантов используются производные полиаминокарбоновых кислот – динатриевую соль этилендиаминтетрауксусной кислоты –



Основное уравнение метода $\text{H}_2\text{TrB} + \text{Me}^{2+} \rightarrow \text{TrBMe} + 2\text{H}^+$

Наиболее ценным свойством комплексона является его способность давать внутрикомплексные соли даже с ионами щелочноземельных металлов: магнием, кальцием и барием, которые почти невозможно перевести в комплексные соединения другими средствами.

При взаимодействии с комплексоном ионы металла вытесняют ионы водорода, поэтому концентрация водородных ионов в процессе титрования возрастает и равновесие реакции сдвигается в сторону образования исходного продукта.

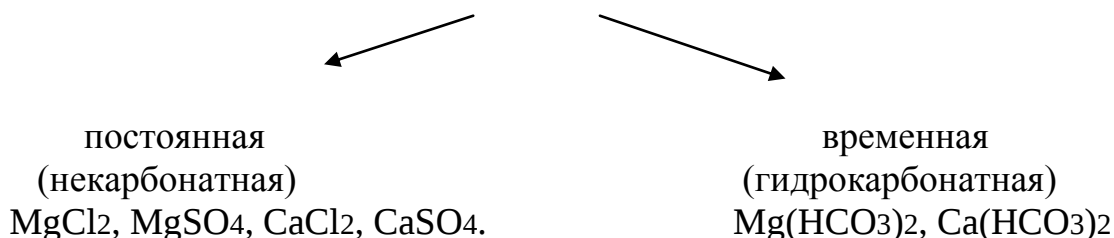
Для связывания ионов H^+ перед началом титрования в титруемый раствор добавляют аммиачную буферную смесь: $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$ (pH 8-10). Значение pH раствора не должно быть выше 10, т.к. в этом случае выпадает осадок гидроксида металла. Оптимальная величина pH = 9.0.

Наиболее часто используют индикатор ЭРИОХРОМ ЧЕРНЫЙ Т (хромоген черный специальный Е1-00). В этом интервале pH раствор самого индикатора имеет цвет синий с зеленым оттенком, а со многими металлами образует комплексы винно-красного цвета. При титровании с этим индикатором в точке эквивалентности происходит переход окраски из винно-красной в синюю с зеленым оттенком.

Жесткость воды – это свойство воды, обусловленное содержанием в ней ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} .

Жесткость - это особые свойства воды, во многом определяющие её потребительские качества и потому имеющие важное хозяйственное значение. Жесткая вода образует накипь на стенках нагревательных котлов, батареях и при, чем существенно ухудшает их теплотехнические характеристики. Жесткая вода мало пригодна для стирки. Накипь на нагревателях стиральных машин выводит их из строя, она ухудшает еще и моющие свойства мыла. Катионы Ca^{2+} и Mg^{2+} реагируют с жирными кислотами мыла, образуя малорастворимые соли, которые создают пленки и осадки, в итоге снижая качество стирки и повышая расход моющего средства, т.е. жесткая вода плохо мылится.

Виды жесткости воды



Временная жесткость связана с присутствием в воде наряду с катионами Ca^{2+} , Mg^{2+} и Fe^{2+} гидрокарбонатных, или бикарбонатных анионов (HCO_3^-).

Постоянная жесткость (или некарбонатная) возникает, если в растворе присутствуют сульфатные, хлоридные, нитратные и другие анионы, соли кальция и магния которых хорошо растворимы и так просто не удаляются. Общая жесткость определяется как суммарное содержание всех солей кальция и магния в растворе.

В разных странах существуют свои нормы жесткости для воды. У нас в стране вода классифицируется по жесткости таким образом:

- Очень мягкие - 0-1,5 мг-экв/л;
- Мягкие - 1,5- 3,0 мг-экв/л;
- Среднежесткие - 3,0- 4,5 мг-экв/л;
- Довольно жесткие - 4,5 - 6,5 мг-экв/л;
- Жесткие - 6,5 - 11,0 мг-экв/л;
- Очень жесткие - свыше 11,0 мг-экв/л.

3. Самостоятельная работа студентов.

Требования по оформлению работы в тетради

1. Дата и тема.
 2. Наименование практической работы.
- Оформить в таблице:*
3. Краткое описание выполнения работы (реактивы и оборудование, используемые в работе, ход работы, уравнения химических реакций).
 4. Результаты практической работы (результаты титрования).
 5. Расчеты (основные формулы для расчетов, расчеты).

1. Определение общей жесткости воды

1. Бюретку промыть дистиллированной водой. Затем промыть на 2/3 объема раствором Трилона Б.
2. Заполнить бюретку раствором Трилона Б.
3. Отмерить мерным цилиндром 100мл анализируемой воды и перенести весь объем в коническую колбу на 250 мл.
4. Отмерить мерным цилиндром 5 мл аммиачно-буферной смеси, добавить щепотку индикатора эриохрома черного.
5. Хорошо перемешать раствор до полного растворения индикатора.
6. Титровать раствор до изменения окраски от красной до фиолетовой.
7. Провести 3 титрования и рассчитать концентрацию.

Определить жесткость воды можно по формуле:

$$\text{ОЖ} = \frac{V_1 \cdot C_{\text{Н}} \cdot 1000}{V_2}, \text{ где}$$

ОЖ – общая жесткость воды

V_1 – объем трилона Б, пошедший на титрование

V_2 – объем воды, взятой для исследования

Сделайте вывод о жесткости воды.

Норма общей жесткости:

- питьевой воды не более 3,5 ммоль/л
- водопроводной без специальной обработки – 5 ммоль/л

4. Закрепление знаний.

Решение ситуационных и расчетных задач письменно в тетради.

Ситуационные задачи:

1. Лаборант, приготовив раствор KMnO_4 , в этот же день провел его стандартизацию. Какую ошибку допустил лаборант?
2. Концентрацию каких веществ можно определить методом перманганатометрии: H_2O_2 , KOH , H_2SO_4 , FeSO_4 , $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, NaCl . Дайте химическое обоснование.
3. Какие из перечисленных индикаторов применяются в методе нейтрализации: K_2CrO_4 , фенолфталеин, метиловый оранжевый, метиловый фиолетовый, тропеолин, крахмал?
4. Проводя количественный анализ H_2O_2 , лаборант подкислил раствор HCl . Правильно ли он поступил?
6. Перечислите титранты, применяемые в методах комплексонометрии, перманганатометрии, нейтрализации.
7. С какими из перечисленных соединений трилон Б будет образовывать комплексы: MgSO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, CaCl_2 .
8. Количественное определение, каких веществ можно провести методами перманганатометрии, комплексонометрии, алкалиметрии, ацидиметрии: $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, H_2O_2 , $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, MgSO_4 , NaOH , HCl .

Расчетные задачи:

1. Чему равна точная концентрация раствора KMnO_4 , если на титрование его 5мл пошло при первом, втором и третьем титровании соответственно 4,8мл, 4,9мл, 4,8мл щавелевой кислоты с титром 0,00126г/мл.
2. При стандартизации на титрование 5мл раствора NaOH расходуется 5,7мл 0,1н раствора HCl . Определите массу NaOH , содержащуюся в 100мл анализируемого раствора.
3. Какую навеску $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ следует взять для приготовления 100мл 0,1н раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

4. Подведение итогов.

Проверка расчетов по результатам титрования.

Проверка оформления работы в тетради у преподавателя.

5. Домашнее задание.

(1) с. 183-222. Подготовка к семинару.

Самостоятельная работа студентов:

- Решение задач по титриметрическим определениям.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 8. ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЯ. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ

Значение темы:

Физико-химические методы анализа основаны на измерении физических характеристик определяемых компонентов в ходе химических превращений веществ.

Физико-химические методы анализа широко применяются в клинических и биохимических анализах. Эти методы отличаются низкими пределами обнаружения, экспрессностью, возможностью автоматизации технологических процессов.

В любой клинико-диагностической лаборатории обязательно имеется перечень приборов и оборудования для проведения анализа физико-химическим путем. При создании современных приборов и оборудования использованы последние достижения электроники и вычислительной техники, которые значительно упрощают проведение различных видов анализа, делают их более точными и чувствительными. Фотометрически определяют содержание гемоглобина в крови, холестерин, общий белок.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- методы физико-химического анализа;
- сущность и классификацию фотометрического метода анализа;
- основной закон светопоглощения и следствие из него;
- оборудование для фотометрического анализа;
- сущность спектрофотометрического анализа;
- технику выполнения исследований.

уметь:

- готовить ФЭК к работе;
- подбирать светофильтр и кюветы для фотометрирования;
- измерять оптическую плотность на ФЭК;

овладеть ОК и ПК:

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 9. Ориентироваться в условиях смены технологий в профессиональной деятельности.

ОК 13. Организовывать рабочее место с соблюдением требований охраны труда, производственной санитарии, инфекционной и противопожарной безопасности.

ПК1.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных общеклинических исследований.

ПК 1.2. Проводить лабораторные общеклинические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК3.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных биохимических исследований.

ПК3.2. Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

для медицинских технологов

ПК 7.1. Готовить рабочее место и аппаратуру для проведения клинических лабораторных исследований.

ПК 7.2. Осуществлять высокотехнологичные клинические лабораторные исследования биологических материалов.

ПК 7.4 Дифференцировать результаты проведенных исследований с позиции норма - патология.

ПК 7.5 Регистрировать результаты проведенных исследований.

План изучения темы:

1. Мини лекция.

1. Классификация физико-химических методов анализа.
2. Сущность и характеристика фотометрических методов анализа: колориметрия, фотоэлектродколориметрия, нефелометрия, спектрофотометрия.
3. Сущность основного закона поглощения света окрашенными растворами?

2. Содержание темы.

Устройство и принцип работы прибора ФЭК

В клинической и биохимической практике наиболее широко представлены фотоэлектродколориметры типов: КФК – 2МП, КФК -3.

В устройстве прибора выделяют: осветительную, оптическую системы, кюветное отделение и электрическую часть.

Осветительная часть прибора. Источник света (лампа накаливания) находится на боковой стенке прибора. Для того, чтобы световые потоки попадали на фотоэлемент только во время определения, имеется непрозрачная шторка, закрывающая световые потоки. Шторка открывается во время опускания крышки кюветного отделения.

В оптическую часть прибора входят светофильтры. Они вмонтированы в диск и для включения светофильтра поворачивают рукоятку, которая находится на

передней панели ФЭКа. Светофильтры обозначены номерами в соответствии с длинами волн, максимально пропускаемых данным фильтром. Светофильтр подбирают опытным путем к каждому определению.

Обычно берут такой светофильтр, цвет которого является дополнительным к цвету окрашенного раствора.

Зависимость цвета вещества от поглощаемой части спектра

Видимый цвет раствора	Поглощаемая часть спектра, (нм)	Цвет поглощенной части светового потока
Желто-зеленый	400-450	Фиолетовый
Желтый	450-480	Синий
Оранжевый	480-490	Зелено-синий
Красный	490-500	Сине-зеленый
Пурпурный	500-560	Зеленый
Фиолетовый	560-575	Желто-зеленый
Синий	575-590	Желтый
Зелено-синий	590-625	Оранжевый
Сине-зеленый	625-750	Красный

В кюветном отделении имеются 2 кюветодержателя, вставленные в каретку. В дальнее отделение кюветодержателя всегда устанавливают кювету с контрольным раствором, а в ближнее – с исследуемым.

Кюветы – представляют собой прямоугольные или цилиндрические сосуды из стекла или кварца с определенным расстоянием между стенками. Толщина кюветы указывается в мм на одной из поверхностей. В зависимости от интенсивности окраски раствора для измерения выбирают кювету с большей или меньшей толщиной слоя.

Кюветы, в которых проводят измерение поглощения, должны быть тщательно очищены: их моют концентрированной соляной кислотой, водопроводной водой. Несколько раз ополаскивают дистиллированной водой и насухо вытирают снаружи. Во всех случаях кювету предварительно споласкивают небольшим количеством раствора, оптическую плотность которого собираются измерять. Кювету заполняют до такого уровня, чтобы поток излучения проходил только через слой раствора.

Закончив измерение данного раствора, необходимо его тотчас вылить из кюветы, которую необходимо тщательно промыть дистиллированной водой и поставить в перевернутом виде на чистую фильтровальную бумагу.

Заклученный в корпусе прибора фотоэлемент связан с микроамперметром, выводящим результат на цифровом табло.

Прибор включают в сеть через стабилизатор, обеспечивающий постоянство напряжения тока, питающего источник света. На задней стенке корпуса находится выключатель сетевого напряжения – тумблер.

Порядок работы на КФК – 2МП

1. Подсоединить колориметр к сети 220В, открыть крышку кюветного отделения и включить тумблер «Сеть», при этом должна загореться сигнальная лампочка.
2. Нажать клавишу «ПУСК» на цифровом табло появляется мигающая запятая.
3. Выдержать колориметр во включенном состоянии в течении 15 минут при открытой крышке кюветного отделения.
4. Нажать клавишу Ш (0), измерить нулевой отсчет.
5. Установить в кюветное отделение кюветы с растворителем или контрольным раствором (в дальнее гнездо кюветодержателя) и исследуемым раствором (в ближнее гнездо).
6. Установить необходимый светофильтр и соответствующий фотоприемник.
7. Ручку кюветодержателя установить в левое положение.
8. Заккрыть крышку кюветного отделения, нажать клавишу «К(1)».
9. Ручку кюветодержателя установить в правое положение.
10. Нажать клавишу «Д(5)». Отсчет на цифровом табло справа от мигающей запятой соответствует оптической плотности исследуемого раствора.

Порядок работы на КФК – 3 – 01

1. Подсоединить фотометр к сети 220В. Включить тумблер «СЕТЬ».
2. Подготовка прибора к работе осуществляется в автоматическом режиме. По истечении 10 мин фотометр выдает звуковой сигнал готовности к работе, на индикаторе отображается надпись "«ГОТОВ К РАБОТЕ ВВЕДИТЕ РЕЖИМ».
3. Для обеспечения стабильной работы фотометр выдерживают не менее 30 мин с момента включения.
4. Ручкой установки длин волн установить необходимую по роду измерений длину волны.
5. Установить в кюветное отделение кюветы с «холостой пробой» и исследуемым раствором. Кювету с «холостой пробой» установить в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – в ближнее гнездо.
6. Ручку перемещения кювет установить в крайнее левое положение.
7. Заккрыть крышку кюветного отделения.
8. Клавишей выбора режима «D» выбрать режим измерения («А» – ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ»).

9. Нажать клавишу «#». На индикаторе должно отобразиться «ГРАДУИРОВКА», через 3-5с вместо нее отображается надпись «ИЗМЕРЕНИЕ».
10. Если значение «0,000» отобразилось с большим отклонением, повторно нажать клавишу «#».
11. Ручку перемещения кювет установить вправо до упора. На индикаторе отображается значение оптической плотности исследуемого раствора.
12. Операции п. 4-9 повторить 3 раза. Значение оптической плотности исследуемого раствора определяется как среднее арифметической.

Самостоятельная работа.

1. Работа с учебным текстом.

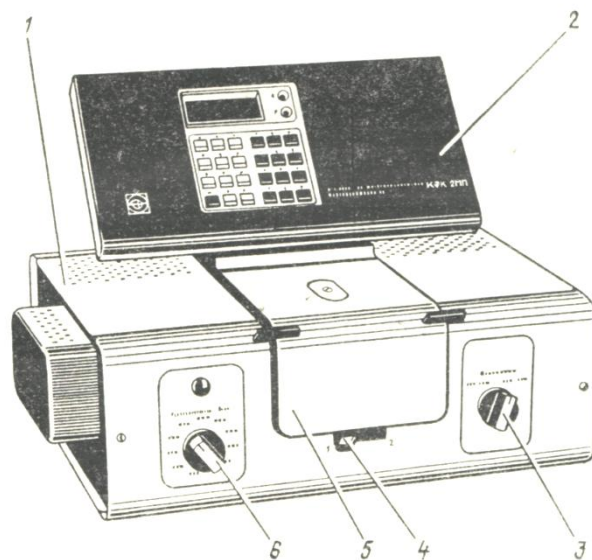
- а) Изучение раздела «Устройство прибора ФЭК». Ответьте письменно на вопросы:
 - Из каких основных частей состоит ФЭК?
 - К какой части прибора относятся светофильтры? Чем руководствуются при выборе светофильтра?
 - Что представляют собой кюветы?
 - Как подготовить кювету к работе?
- б) Составьте алгоритм измерения на ФЭКе.

2. Лабораторная работа «Устройство фотометра»

- изучить устройство и правила работы на фотометрах КФК-2МП, КФК-3
- научиться подбирать светофильтры к исследуемому раствору.

Задание №1: Рассмотрите прибор. Найдите все части прибора.

- 1 – источник света (лампа накаливания)
- 2 – электронное табло
- 3- рукоятка фотоэлемента
- 4 –ручка кюветодержателя
- 5 – крышка кюветного отделения
- 6- рукоятка светофильтров



Задание №2: Определение оптической плотности раствора на КФК-2МП

Подготовьте прибор к работе. Откройте крышку кюветного отделения фотоколориметра КФК-2МП.

- Налейте в кювету фотоколориметра толщиной 1 см (брать кювету только за узкие боковые части) дистиллированную воду (чуть выше риски на широкой боковой поверхности кюветы).
- В кювету налейте исследуемый раствор:
5 мл 0,1М FeCl₃ + 5 мл 0,1М KSCN + 5 мл дистиллированной.
Поместите ее в ближнее гнездо кюветодержателя.
В случае попадания раствора на стенку кюветы промокните каплю кусочком фильтровальной бумаги.) и установите в дальнее гнездо кюветодержателя.
- Закройте крышку кюветного отделения.
- Установите кювету с растворителем в световой поток. Для этого рукоятку на передней панели прибора поверните влево.
- Круглой ручкой на передней панели прибора выставьте длину волны света (410 нм) и нажмите клавишу «Г» (на цифровом табло высветится символ «Г»).
- Нажмите клавишу «Е» (высветится символ «Е» и значение 0,000 - 0,002). Это означает, что начальный отсчет оптической плотности установлен правильно. Если это не так, откройте крышку кюветного отделения, нажмите клавишу «нуль», закройте крышку, нажмите клавишу «Е». Высветится символ «Е» и значение 0,000 - 0,002.
- Затем рукоятку на передней панели прибора поверните вправо до упора, запишите показания прибора (отсчет на световом табло справа от мигающей запятой соответствует оптической плотности исследуемого раствора).

Задание №3: Подбор светофильтра к исследуемому раствору

Фотометр КФК-3 позволяет провести подбор светофильтров за счет электронной настройки длины волны.

- Для построения спектральной кривой оптической плотности (спектра) исследуемого раствора повторите процедуру, описанную ранее, выставив новую длину волны с шагом 10 нм (420, 430... 500). Определите, при какой длине волны света раствор имеет максимальное поглощение.
- Закройте крышку кюветного отделения. Нажмите клавишу «Пуск». Затем выключите с правого торца прибора тумблер «сеть» и отсоедините фотометр от сети 220 В.

Домашнее задание.

(1) с. 229 - 245

Самостоятельная работа студентов

Конспектирование:

- «Методы визуальной колориметрии»
- «Пламенная фотометрия, особенности метода»
- «Флуориметрия, применение в лабораторной диагностике»

- «Современные фотометрические анализаторы, применение в лабораторной диагностике».

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 9. ПОСТРОЕНИЕ КАЛИБРОВОЧНОГО ГРАФИКА

Значение темы:

Качество выполнения лабораторного исследования во многом определяется правильно выбранной и осуществленной методикой оценки полученных при работе с фотометрической аппаратурой результатов. Она базируется на использовании градуировочного графика, который отражает зависимость оптической плотности, называемой также экстинцией и концентрации вещества в сериях стандартных растворов.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- основной закон светопоглощения и следствие из него;
- сущность метода фотоэлектроколориметрии;
- устройство прибора и правила работы на фотоэлектроколориметре;
- принципы построения градуировочной кривой;

уметь:

- проводить расчет и построение калибровочного графика;
- определять концентрацию вещества по калибровочному графику;

овладеть ОК и ПК:

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 9. Ориентироваться в условиях смены технологий в профессиональной деятельности.

ОК 13. Организовывать рабочее место с соблюдением требований охраны труда, производственной санитарии, инфекционной и противопожарной безопасности.

ПК1.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных общеклинических исследований.

ПК 1.2. Проводить лабораторные общеклинические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 3.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных биохимических исследований.

ПК 3.2. Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

для медицинских технологов

ПК 7.1. Готовить рабочее место и аппаратуру для проведения клинических лабораторных исследований.

ПК 7.2. Осуществлять высокотехнологичные клинические лабораторные исследования биологических материалов.

ПК 7.4 Дифференцировать результаты проведенных исследований с позиции норма - патология.

ПК 7.5 Регистрировать результаты проведенных исследований.

План изучения темы:

1. Актуализация знаний.

1. Что называется фотоэлектроколориметрией?
2. Какова сущность основного закона поглощения света окрашенными растворами?
3. Какова связь между интенсивностью светового потока и силой возникающего в фотоэлементе тока?
4. Какой принцип работы фотоэлектроколориметра?
5. Из каких основных частей состоит ФЭК?
6. Как производят подготовку кювет к работе?
7. Каков порядок работы на ФЭКе?
8. Как перейти от показателя экстинкции к концентрации раствора?

2. Содержание темы.

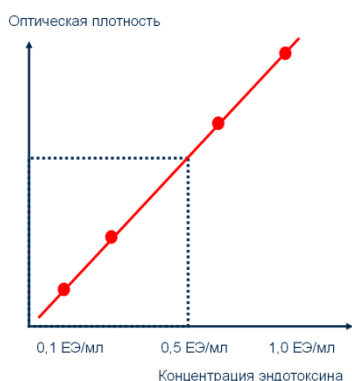
Построение калибровочной кривой

Для построения калибровочного графика измеряют поглощение серии окрашенных растворов известной, но различной концентрации, оптические плотности которых охватывают требуемый интервал.

С этой целью применяют стандартные растворы определяемого вещества. Стандартные растворы должны готовиться с особой тщательностью из навески, полученной с особой тщательностью из навески, полученной на весах для точного взвешивания (аналитических). При этом следует обратить внимание на то, чтобы стандартные вещества строго отвечали своей химической формуле, имели высокую степень чистоты, не были гигроскопичны и не взаимодействовали с газами воздуха.

В большинстве случаев ряд калибровочных растворов получают путем разбавления основного, маточного раствора (как это имеет место, например, при определении содержания общего белка плазмы или сыворотки крови).

Разведения стандартного вещества должны охватывать диапазон физиологических концентраций и выходить за пределы их минимальных и максимальных величин. Так,



например, при исследовании содержания общего белка в сыворотке (плазме) крови концентрация стандартного вещества (альбумина) должна быть в интервале от 40 до 120 г/л (при физиологической концентрации общего белка 65-85 г/л).

Для каждой рабочей концентрации стандартного вещества нужно сделать 3-5-фотометрических определений. Всего используют 2-3 серии окрашенных растворов, в результате чего обычно выполняется 6-12 исследований каждого рабочего разведения стандарта.

Измерение оптической плотности начинают со стандартного раствора наименьшей концентрации. Усредненные (соответствующие отдельным концентрациям) значения оптической плотности (экстинкции) наносят на миллиметровую (калибровочную) бумагу. На оси абсцисс (горизонтальной) с соблюдением одинаковых интервалов в равномерно возрастающей концентрации откладывают показатели содержания вещества в стандартном растворе; на оси ординат (вертикальной) – соответствующие им величины экстинкции. Калибровочная кривая прокладывается таким образом, чтобы по возможности большее число точек (3 или 5) лежало на линии, а остальные располагались близ нее, равномерно отклоняясь в ту и другую сторону. Расположение кривой определяют так, чтобы она исходила из нулевой отметки под углом – 45%. График зависимости поглощения света от концентрации поглощающего вещества обычно представляют собой прямую линию.

Калибровку (градуировку) следует проверять не менее 2 раз в год. Но при переходе на реактивы иной серии (квалификацию), замене каких либо деталей в приборе необходимо строить новую калибровочную кривую. Недопустимо использовать калибровочные факторы, выведенные при пользовании другими фотометрами, даже если они того же типа.

Расчеты по построению калибровочного графика

На миллиметровой (калибровочной) бумаге вычерчивают оси координат. На оси ординат откладывают значения экстинкции, на оси абсцисс – концентрации. Чтобы считываемые с калибровочной кривой значения были более точными, следует брать масштаб графика достаточно крупным.

Масштаб калибровочного графика должен быть 20 см и более на общих осях.

Чтобы кривая располагалась под углом 45% к осям, берут максимальные значения концентрации и экстинкции, если между ними в пределах этих значений сохраняется прямо пропорциональная зависимость.

Например, ряд стандартных растворов с концентрацией 20, 40, 60, 80, 100, 120.

Отрезок из 20 крупных клеток на оси абсцисс составляет 120 г/л, а на оси ординат максимальное из полученных для 6 определений значение экстинкции равно 0,6.

На основании этих данных находят факторы калибровки по формулам:

$$C_{\text{макс}}/20 = 120/20 = 6\text{г/л}$$

$$E_{\text{макс}} / 20 = 0,6/20 = 0,03$$

6г/л и 0,03 – значения концентрации и экстинкции, соответствующие масштабу 1 см (одна крупная клетка).

Чтобы облегчить процедуру откладывания на оси ординат значений экстинкции рекомендуется разделить величину экстинкции, например $0,2/0,03 = 6,67$. Полученное число показывает, на каком удалении от нулевой точки в сантиметрах следует сделать отметку для восстановления из нее перпендикуляра: отмеряют отрезок в 6 крупных (1см) клеток и 7 мм.

Также поступают со всеми остальными значениями, чтобы их разместить на вертикальной и горизонтальной осях. Из отложенных на осях значений восстанавливают перпендикуляры, места пересечений тонких линий обозначают крестиками; ориентируясь на них, проводят калибровочную кривую.

3. Самостоятельная работа.

1. Работа с учебным текстом.

Прочитайте учебный текст «Построение калибровочной кривой» и разберите пример построения калибровочной кривой.

2. Выполнение заданий по построению калибровочного графика и определению концентрации раствора по готовому калибровочному графику.

Получить задание у преподавателя.

4. Домашнее задание.

(1) с. 232 - 239.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 10. УСТРОЙСТВО pH- МЕТРА

Значение темы:

Концентрация водородных ионов в растворе (pH) является весьма важным фактором, который необходимо учитывать в клинических, микробиологических и санитарно-гигиенических лабораториях.

Ориентировочное представление о pH раствора можно получить с помощью лакмусовой полоски или по изменению цвета индикатора. Однако для контроля pH как лабораторного показателя, необходимо применение более точных методов. В лабораторной диагностике для этих целей используются потенциометрические методы. К потенциометрии относятся различные варианты приборов для исследования pH и кислотно- щелочного состояния, а также ионселективные электроды.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- сущность метода рН - метрия;
- применение рН - метрии в лабораторном анализе;
- устройство рН-метра;

уметь:

- готовить рН-метр к работе;
- проводить настройку рН-метра по буферным растворам;
- проводить измерения на рН-метре;

овладеть ОК и ПК:

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 9. Ориентироваться в условиях смены технологий в профессиональной деятельности.

ОК 13. Организовывать рабочее место с соблюдением требований охраны труда, производственной санитарии, инфекционной и противопожарной безопасности.

ПК 1.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных общеклинических исследований.

ПК 1.2. Проводить лабораторные общеклинические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 3.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных биохимических исследований.

ПК 3.2. Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 6.1. Готовить рабочее место для проведения лабораторных санитарно-гигиенических исследований.

ПК 6.3. Проводить лабораторные санитарно-гигиенические исследования.

для медицинских технологов

ПК 7.1. Готовить рабочее место и аппаратуру для проведения клинических лабораторных исследований.

ПК 7.2. Осуществлять высокотехнологичные клинические лабораторные исследования биологических материалов.

ПК 7.4 Дифференцировать результаты проведенных исследований с позиции норма - патология.

ПК 7.5 Регистрировать результаты проведенных исследований.

План изучения темы:

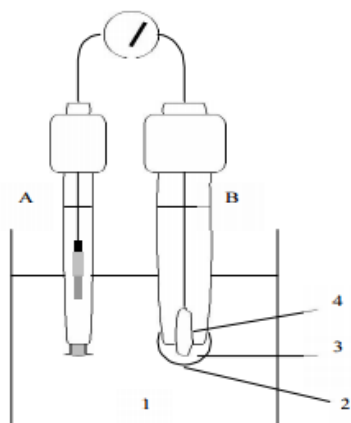
1. Мини-лекция.

1. Классификация электрометрических методов анализа, их характеристика.
2. На чем основаны ионометрические методы анализа? Перечислите их.
3. Что называется ионометрией?
4. Дайте определение pH? Как в лаборатории можно определить pH?
5. Какое значение имеют буферные растворы?

2. Содержание темы.

Электрометрические методы основаны на измерении электрического потенциала, который возникает на границе двух сред в том случае, когда ионы одного заряда проникают через эту границу легче, чем противоположно заряженные. Это различие обусловлено свойствами специальной мембраны с избирательной проницаемостью, разделяющей два раствора – один известного состава (эталонный), другой – исследуемый. Оба раствора посредством солевых мостиков, то есть трубочек, заполненных раствором соли (обычно хлористым калием), контактируют с металлическими электродами, на границе которых с раствором всегда одна и та же разность электрических потенциалов.

Материал металлического электрода (его называют полуэлемент) и состав раствора, в который он погружен, подбираются таким образом, чтобы величина этого потенциала была максимально устойчивой. Наиболее часто в качестве полуэлементов используют хлорсеребряные электроды – кусочки серебряной проволоки, покрытые слоем хлористого серебра. Исправный



хлорсеребряный электрод должен быть темного цвета, когда он портится, хлористое серебро осыпается и видна светлая металлическая поверхность. Конструктивно ионоселективные электроды изготавливают так, что эталонный раствор (или заменяющая его масса плотной консистенции, которая ведет себя как эталонный раствор) вместе с мембраной объединены в один блок с металлическим электродом (полуэлементом), к которому подведен электрический провод.

Вторая половина электрической 50 цепи

Рисунок 1. Принцип электрометрических измерений
A – электрод сравнения (референтный).

B – измерительный электрод (индикаторный).

1 – исследуемый раствор; 2 – ионоселективная мембрана (избирательно пропускает определенные виды ионов); 3 – эталонный раствор; 4 – хлорсеребряный электрод.

также изготавливается в виде отдельного блока, который называется электродом сравнения или референтным. На границе растворов электролитов разных концентраций, разделенных перегородкой с избирательной проницаемостью, ионы из более концентрированного раствора диффундируют в менее концентрированный, но через

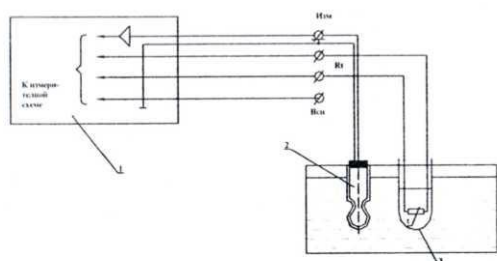
полупроницаемую перегородку могут проходить ионы только одного заряда. Поэтому на границе раздела возникает разность потенциалов, которую фиксирует прибор.

Электроды очень чувствительны к попаданию посторонних веществ – щелочей, кислот, поверхностно-активных веществ, дезинфицирующих агентов, а также к нагреванию. Они имеют ограниченный срок работы (со временем теряют чувствительность) и нуждаются в постоянной и систематической калибровке.

Устройство pH- метра

1. Принцип работы прибора

В качестве измерительного электрода при измерении pH используется стеклянный электрод, а в качестве вспомогательного - хлорсеребряный электрод. В данном приборе оба электрода совмещены в комбинированный электрод.



1 - преобразователь pH-150M;

2 - комбинированный электрод ЭСКЛ-08M.1;

3 - автоматический термокомпенсатор.

Рисунок 2. Схема подключения электродной системы при измерении pH и

температуры.

Электродная система при погружении в контролируемый раствор развивает ЭДС, линейно зависящую от активности ионов и температуры раствора. Контакт вспомогательного электрода с контролируемым раствором осуществляется с помощью электролитического ключа, обеспечивающего истечение насыщенного раствора KCl в контролируемый раствор.

Раствор хлористого калия непрерывно просачивается через электролитический ключ, предотвращая проникновение из контролируемого раствора в систему вспомогательного электрода посторонних ионов, которые могли бы изменить величину потенциала электрода. ЭДС электродной системы преобразуется и считывается с индикатора pH-метра.

При измерении окислительно-восстановительного потенциала в качестве измерительного электрода используется редоксметрический электрод, в качестве вспомогательного - хлорсеребряный электрод. Измерение E_h производится в мВ.

2. Конструкция прибора

pH-метр представляет собой комплект прибора, включающий преобразователь, блок сетевого питания и набор электродов.

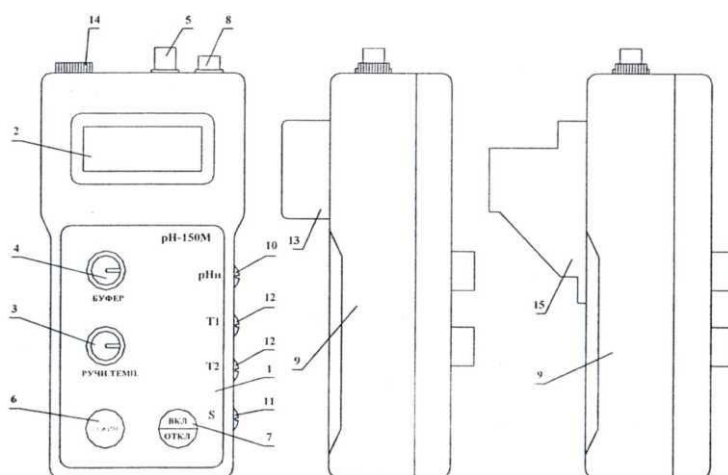


Рисунок 3. Преобразователь рН-150М

1-лицевая панель; 2-индикатор; 3- резистор установки температуры раствора при ручной термокомпенсации; 4-переменный резистор для настройки по буферному раствору; 5-гнездо для подключения комбинированного (измерительного) электрода; 6- кнопка переключения режимов измерения; 7- кнопка включения питания; 8- вилка для лодключения термокомпенсатора; 9- корпус; 10-резистор для установки значения координаты рН₀; 11-резистор для регулировки крутизны электродной системы; 12-резисторы для настройки начала и конца диапазона измерения температуры; 13-крышка отсека для размещения автономного источника питания; 14-гнездо для подключения вспомогательного электрода; 15-блок питания.

Для работы в стационарных условиях в комплекте рН-метра предусмотрен разборный штатив с держателем электродов.

3.Условия проведения проверки и настройки прибора

Проверка и настройка прибора рН-150М должна производиться в следующих нормальных условиях:

- 1) температура окружающего воздуха
- 2) относительная влажность воздуха
- 3) температура анализируемой среды Точность поддержания в течение не менее 3 мин. перед подстройкой или снятием отсчета
- 4) напряжение питающей сети
- 5) частота питающей сети
- 6) напряжение питания от автономного источника
- 7) время установления рабочего режима 3.3 Приборы и реактивы

Для проверки и настройки прибора рН-150М необходимы следующие средства измерения и реактивы:

- 1) термометр ртутный с пределами измерения от 0 до 100 °С. ценой деления 0,5 °С (например, ТЛ-5 2-Б2 или два термометра ТЛ-6 3-Б2 и ТЛ-6 3-Б3 с пределами измерения от 0 до 55 °С и от 50 до 105 °С соответственно с ценой деления 0,5 °С):

- 2) вода дистиллированная ГОСТ 6709-72;

3) стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов 2-го разряда ГОСТ 8.135-74 (типы 3, 4, 5).

4. Подготовка электродов к работе

Подготовка электродов к работе производится в соответствии с рекомендациями, изложенными в паспортах на соответствующие электроды.

Во избежание образования кристаллов KCl в полости комбинированных (вспомогательных) электродов при работе и хранении следить, чтобы электролитический ключ находился в растворе и уровень раствора KCl в полости электрода был выше уровня контрольного раствора. При работе пробка для заливки KCl должна быть удалена.

При появлении кристаллов KCl полость электродов промыть дистиллированной водой и залить насыщенным раствором KCl (t равна 20°C).

5. Измерение pH

1. Буферные растворы готовятся из реактивов квалификации для pH-метрии. Реактивы для pH-метрии выпускаются в виде стандарт-титров, рассчитанных на приготовление 1000 мл буферного раствора каждого наименования.

Для приготовления буферных растворов применяется дистиллированная вода, прокипяченная в течение 30-40 мин для удаления растворенной углекислоты.

Значения величин pH стандартных буферных растворов приведены в приложении.

Не следует производить проверку pH-метров по растворам, приготовленным из случайно имеющихся реактивов, так как при этом возможны значительные ошибки в значении pH • приготовленных растворов.

2. Настройка pH-метров по буферным растворам

3. Настройка pH-метра для измерения pH растворов с постоянной температурой ($t \pm 5^{\circ}\text{C}$).

Настройку pH-метра для работы в растворах с постоянной температурой производить по буферным растворам ГОСТ 8.134-98, имеющим эту же температуру.

Рекомендуется следующий порядок настройки pH-метра по двум буферным растворам с температурой, близкой к температуре анализируемой среды:

1) выбрать род температурной компенсации:

- при ручной термокомпенсации, (автоматический термокомпенсатор отключен) вращая ручку РУЧН.ТЕМП., установить на индикаторе значение температуры буферных растворов, измеренное стеклянным термометром с ценой деления не более $0,5^{\circ}\text{C}$;

- при автоматической термокомпенсации температура раствора должна измеряться с точностью до 1°C , в противном случае преобразователь следует отградуировать согласно 4.4 формуляра;

2) нажимая кнопку РЕЖИМ на лицевой панели, установить единицы измерения рН и, вращая резистор рН_и, расположенной на боковой стенке, установить его примерно в среднее положение. Вращение оси резистора производить ручкой 8.337.044, входящей в комплект поставки;

3) погрузить электроды в первый буферный раствор с температурой t (величина рН этого буферного раствора при 20° С равны 4,001 рН ГОСТ 4.134-98) и, вращая ось резистора БУФЕР, установить на индикаторе значение, равное значению рН при температуре t ;

4) промыть электрод дистиллированной водой, осушить фильтровальной бумагой и погрузить во второй буферный раствор с температурой t (величина рН этого буферного раствора при 20° С должна быть близка к началу (концу) диапазона измерения анализируемых растворов);

5) вращая ось резистора S на боковой стенке преобразователя, установить на индикаторе значение, равное значению рН буферного раствора при данной температуре t .

3. Самостоятельная работа.

1. Работа с учебным текстом.

Изучите раздел «Устройство рН метра» и ответьте письменно на вопросы:

- Какой принцип работы ионометра?
- Из каких основных частей состоит рН- метр?
- Как подготовить рН- метр к работе?
- Составьте алгоритм измерения на рН- метре.

2. Лабораторная работа «Определение рН-среды в растворах»

Проводится работа студентов малыми группами (2-3) человека по следующим заданиям:

1. Определение рН-среды фосфатного буфера.
2. Определение рН-среды биологических жидкостей в моче.
3. Определение рН-среды биологических жидкостей в слюне.
4. Определение рН-среды биологических жидкостей в сыворотке.
5. Определение рН-среды биологических жидкостей в желудочном соке.

Домашнее задание.

(1) с. 246 - 258.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 11. ПОГРЕШНОСТИ И ОШИБКИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

Значение темы:

При выполнении любого химического анализа обычно проводят ряд аналитических операций (взвешивание, растворение, осаждение, фильтрование, фотометрирование, титрование и т.д.), а также измерения с

помощью приборов (на весах, по бюретке, по шкале фотоколориметра или рефрактометра и т.д.). Все эти аналитические операции и измерения могут сопровождаться погрешностями. Например, промывание осадка может привести к частичной потере его вследствие растворимости; гигроскопические вещества при взвешивании поглощают влагу из воздуха, что ведет к увеличению их массы; торопливость в конце титрования неизбежно ведет к переливанию раствора. Неточность измерительной шкалы прибора (например, бюретки) также вызывает погрешности анализа.

Многие источники погрешностей предварительно изучаются и затем устраняются. Например, проверка градуировки мерной посуды устраняет погрешности измерений объемов растворов; проверка точности разновеса устраняет погрешности взвешивания. Ошибки могут быть сведены к минимуму при внимательной и аккуратной работе.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- виды ошибок, встречающиеся в количественном анализе и лабораторном исследовании;
- причины, вызывающие систематические погрешности и способы их устранения;
- методики статистической обработки результатов количественных определений
- расчетные формулы абсолютной, относительной погрешностей.

уметь:

- проводить калибровку мерной посуды для устранения систематической погрешности;
- статистическую обработку результатов количественного анализа;
- оценивать воспроизводимость и правильность результатов анализа по полученным данным.

овладеть ОК и ПК:

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес.

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 11. Быть готовым брать на себя нравственные обязательства по отношению к природе, обществу и человеку.

ПК 1.2. Проводить лабораторные общеклинические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 2.3. Проводить общий анализ крови и дополнительные гематологические исследования; участвовать в контроле качества.

ПК 3.2. Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 4.2. Проводить лабораторные микробиологические и иммунологические исследования биологических материалов, проб объектов внешней среды и пищевых продуктов; участвовать в контроле качества.

для медицинских технологов

ПК 7.3 Проводить контроль качества высокотехнологичных клинических лабораторных исследований.

План изучения темы:

1. Содержание темы.

Погрешности и ошибки количественного анализа

Любое измерение, связанное с количественными подсчетами имеет определенную ошибку, связанную с точностью измерительной аппаратуры, особенностями метода и случайными причинами. Во время анализа возникают ошибки при выполнении отдельных операций (взятии навески, растворении и т. д.).

Ошибки в количественном анализе делятся на систематические, случайные и грубые (промахи).

Все ошибки принято делить на три типа: грубые ошибки или промахи, систематические ошибки и случайные ошибки.

Систематические ошибки. Систематические ошибки обуславливаются многими причинами. К ним относятся, например, ошибки, зависящие от особенностей метода анализа. Используемые конкретные реакции данного метода могут протекать не вполне количественно, что связано с обратимостью - химических процессов. Вместе с осадком могут осаждаться и посторонние примеси, увеличивая массу осадка. Осадки даже наименее растворимые имеют какую-то частичную растворимость, что уменьшает массу осадка. Осадки могут частично разлагаться при прокаливании, впитывать водяные пары или поглощать газы из атмосферы. В растворе могут происходить побочные реакции. В титриметрических методах некоторые ошибки связаны с используемым индикатором и т. п. К этому типу ошибок относятся ошибки, связанные с личными качествами самого аналитика. Например, не все способны точно уловить момент перемены окраски раствора в процессе титрования, не всегда точно улавливаются мелкие деления на шкале приборов.

Систематические ошибки вызывают одностипные (одного знака) отклонения от истинного значения, они оказываются завышенными или заниженными. Правильность измерения находится в зависимости от систематической ошибки.

Правильность измерений - качество измерений, отражающее близость к нулю систематических погрешностей.

Совершенствование метода измерения, тщательная настройка приборов, мастерство экспериментатора позволяют сводить систематические ошибки к минимуму.

Грубые ошибки (промахи). Грубые ошибки являются результатом небрежной работы: ошибочный подсчет разновесок, неправильный отсчет объема по бюретке, обмен своих растворов с растворами своих соседей, ошибки при вычислениях, при переписывании, потеря части осадка, проливание раствора и т. п. Грубые ошибки можно обнаружить по резкому отклонению полученных результатов от ожидаемых или по резкому отклонению от повторно выполненных анализов. Грубые ошибки можно выявить и исключить.

Грубые ошибки (промахи) — это грубые ошибки, сильно искажающие результаты измерения. При обработке экспериментальных данных результаты с грубыми ошибками должны быть выявлены и отброшены.

Случайная ошибка - часть погрешности измерения, изменяющаяся случайным образом при повторных измерениях одной и той же измеряемой величины. Случайные погрешности не имеют определенного знака, в их появлении отсутствуют любые закономерности. Их нельзя устранить введением каких-либо поправок, но они могут быть значительно уменьшены при повышении тщательности работы и увеличении числа параллельных определений.

Внутрилабораторный контроль качества количественных определений

Контроль качества лабораторных исследований – это система мер количественной оценки правильности лабораторных исследований, систематическое выявление и устранение ошибок, за которые отвечает лаборатория.

Эта система мероприятий, которые направлены как на оценку того, достаточна ли надежность получаемых результатов для выдачи их лабораторией, так и на устранение причин неудовлетворительных характеристик этих результатов.

Цель контроля качества

1. Устранение систематических ошибок и сведение до минимума случайных ошибок.
2. Достижение оптимальных стандартных условий исследования биологических жидкостей во всех лабораториях.

Виды контроля качества:

1. Межлабораторный контроль качества - проводится уровне системы здравоохранения Российской Федерации, осуществляется Федеральной системой внешней оценки качества (ФСВОК) Целью внешней оценки качества исследований является оценка степени сопоставимости результатов исследований, выполняемых в различных учреждениях здравоохранения, и соответствия их установленным нормам.

2. Внутрिलाбораторный контроль качества -

проводится на уровне КДЛ, состоит в постоянном (повседневном, в каждой *аналитической серии*) *проведении контрольных мероприятий*: исследовании проб контрольных материалов. Целью внутрिलाбораторного контроля качества является оценка соответствия результатов исследований установленным критериям. Внутрिलाбораторный контроль качества обязателен в отношении всех видов исследований, выполняемых в лаборатории.

Внутрिलाбораторный контроль качества предусматривает оценку деятельности всего медперсонала, участвующего в доаналитическом, аналитическом и постаналитическом этапах работы:

- преаналитический - назначение теста врачом, взятие материала, транспортировка образца в лабораторию;
- аналитический - исследование образца в лаборатории;
- постаналитический - интерпретация результатов, диагноз и лечение пациента.

На любом из этих этапов работы возможны ошибки. Погрешность в аналитическом процессе - это **внутрिलाбораторные ошибки**, появление и предупреждение которых зависит только от работников лаборатории: подготовка больного к исследованию, забор пробы, ее подготовка к исследованию, хранение и т.д. Нр. существенной причиной возникновения погрешностей анализа является нарушение условий хранения проб. Длительное стояние сыворотки над эритроцитами может привести к сдвигам концентраций компонентов. Сыворотка должна быть отделена от эритроцитов не позднее двух часов после взятия крови.

Результаты анализов в большей мере зависят от индивидуальных способностей лабораторного персонала, важным фактором также является качество применяемых измерительных инструментов.

Наиболее частые ошибки, не зависящие от работы лаборатории, но искажающие конечный результат называются **внелабораторными ошибками**.

Существенным источником внелабораторных ошибок является не учет времени последнего приема пищи больным, эмоциональное напряжение, положение тела больного могут повлиять на результаты исследований липидного, углеводного обменов, общего белка, гормонов, факторов свертывания крови.

Влияние характера питания, качественный состав пищи важен при исследовании активности ферментов т.к. более 130 ферментов подвержены влиянию диеты.

Время взятия крови влияет на показатели исследования гемоглобина, мочевины, общих липидов. Содержание калия, общего белка, железа, билирубина может варьировать в течении часа.

Очень серьезной проблемой является воздействие медикаментов на содержание компонентов крови. Нет препаратов, не изменяющих лабораторные показатели, но не для всех установлен механизм действия.

Все вышеуказанные факторы погрешностей связаны с состоянием больного.

При проведении контроля качества лабораторных исследований используют следующие термины:

Правильность измерений (см. выше) - качество измерений, отражающее близость к нулю систематических погрешностей.

Общая воспроизводимость - качество измерений, отражающее близость друг к другу всех измерений одного и того же материала (определяется внутрисерийной и межсерийной воспроизводимостью).

Контрольный материал – однородный материал, результаты исследования которого используются для оценки погрешности выполняемого аналитического измерения.

Виды контрольного материала: при внутрилабораторном контроле используются контрольные материалы промышленного приготовления, допущенные к применению на территории России.

1. Контрольные материалы промышленного производства с исследованными (установленными) значениями контролируемых параметров - используются для контроля правильности и воспроизводимости результатов лабораторного анализа.
2. Контрольные материалы промышленного производства с неисследованными значениями контролируемых параметров – используются только для контроля воспроизводимости.
3. При невозможности приобрести контрольные материалы промышленного изготовления в лаборатории могут использоваться контрольные материалы, приготовленные из неиспользованных остатков образцов пациентов – слитые сыворотки, плазма, моча. Используются только для контроля воспроизводимости.

Контрольные материалы должны исследоваться так же, как обычные пробы пациентов, то есть в тех же сериях и тех же условиях.

Погрешность измерения – отклонение результата измерения от истинного значения измеряемой величины. Виды погрешностей: систематическая, случайная, грубая.

Этапы проведения внутрилабораторного контроля качества каждой методики исследования

Введение и осуществление внутрилабораторного контроля качества для каждой из методик состоит из трех последовательных стадий.

1. Оценка внутрисерийной воспроизводимости методики.
2. Оценка систематической погрешности и общей воспроизводимости методики, построения контрольной карты.
3. Проведение оперативного (текущего) контроля качества результатов лабораторных исследований в каждой аналитической серии

Оценка внутрисерийной воспроизводимости методики

Выполняется с использованием пробы пациента или контрольного материала со значениями определяемого показателя в нормальном диапазоне.

Проводится 10 измерений определяемого показателя в одном и том же материале, в одной и той же аналитической серии. Из полученных 10 результатов по формулам 1-3 рассчитывается коэффициент внутрисерийной вариации методики (CV) и проверяется с предельно допустимым значением коэффициента для данного показателя, причем он должен не превышать половины предельно допустимого значения $CV_{\text{табл}} < 0,5 * CV$.

Если это неравенство не выполняется, следует провести работу по снижению внутрисерийной вариации данной методики или выбрать другую методику определения данного показателя с лучшей внутрисерийной воспроизводимостью.

Если внутрисерийная вариация методики отвечает установленным нормам, переходят к следующей стадии.

Среднеквадратическое отклонение (S) рассчитывается по формуле 1:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (1),$$

где $\bar{X}$ – среднее арифметическое результатов измерений, высчитывается по формуле 2:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (2).$$

Коэффициент вариации (CV) рассчитывают следующим образом:

$$CV = \frac{S}{\bar{X}} \cdot 100\% \quad (3)$$

2. Самостоятельная работа.

1. Работа с учебным текстом.

Прочитайте учебный текст «Погрешности и ошибки количественного анализа». Выполните задания:

1. В ходе титрования получены следующие результаты

$V_1 = 5,1 \text{ мл}$; $V_2 = 4,5 \text{ мл}$; $V_3 = 5,0 \text{ мл}$ оцените их правильность, наличие ошибок.

2. Из перечня причин вызывающих ошибки выберите те причины, которые вызывают систематические, грубые, случайные ошибки:

Причины	Вид ошибки
Ошибки в расчетах	
Неточное пипетирование	
Неправильное считывание результатов анализа	
Небрежность в проведении методики исследования	
Нестабильность фотометрических приборов	
Один результат выходит за пределы определений	

Прочитайте учебный текст «Внутрилабораторный контроль качества» и ответьте письменно на вопросы:

- С какой целью проводят контроль качества лабораторных исследований в лаборатории?
- Причины, вызывающие возникновение внутрилабораторных и внелабораторных ошибок?
- В чем отличие понятий правильности и воспроизводимости методики?

2. Практическая работа «Оценка внутрисерийной воспроизводимости методики»

Задание:

Оцените внутрисерийную воспроизводимость методики определения хлоридов при проведении внутрилабораторного контроля.

Рассчитайте $\bar{X}$, S , CV .

Предельно допустимое значение коэффициента для данного показателя :

CV_{10} для хлоридов = 3,6%,

№п/п	X, ммоль/л	$X - \bar{X}_{cp}$	$(X - \bar{X}_{cp})^2$
1.	98		
2.	102		
3.	100		
4.	101		
5.	102		
6.	98		

7.	100		
8.	99		
9.	98		
10.	102		

Пример решения задания

$$X_{\text{ср}} = 1000/10 = 100$$

№п/п	X, ммоль/л	X - X _{ср}	(X - X _{ср}) ²
1.	98	2	4
2.	102	2	4
3.	100	0	0
4.	101	1	1
5.	102	2	4
6.	98	2	4
7.	100	0	0
8.	99	1	1
9.	98	2	4
10.	102	2	4
	$\Sigma x = 1000$		26

$$S = \sqrt{\frac{26}{9}} = \sqrt{2,9} = 1,7$$

$$CV = \frac{1,7}{100} \cdot 100\% = 1,7\%$$

CV₁₀ для хлоридов = 3,6%, следовательно внутрисерийная вариация методики определения хлоридов не превышает установленные нормы и можно переходить ко второму этапу.

Задание для самостоятельного решения

Оцените внутрисерийную воспроизводимость методики определения общего билирубина при проведении внутрилабораторного контроля.

Рассчитайте X_{ср}, S, CV.

Предельно допустимое значение коэффициента для данного показателя: CV₁₀ общего билирубина = 18%.

№п/п	X, мкмоль/л	X - X _{ср}	(X - X _{ср}) ²
1.	15		
2.	13		
3.	15		
4.	18		
5.	17		
6.	16		
7.	18		
8.	18		
9.	16		
10.	14		

4. Подведение итогов.

Защита выполненных реакций.

Проверка оформления работы в тетради у преподавателя.

5. Домашнее задание.

(1) с. 275 - 280, 288 - 291.

Самостоятельная работа студентов:

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 12. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Значение темы:

Выполняя клинические лабораторные исследования, любой специалист стремится добиться соответствия результатов исследования биологического материала истинному значению определяемого компонента. Только в этом случае результаты исследований будут правильно отражать течение патологического процесса или эффективность медикаментозного лечения.

Вместе с тем известно, что на результаты лабораторных исследований влияют очень многие факторы, искажающие результаты лабораторного исследования, мешающие точному отражению результатов исследуемого компонента. На любом из этапов лабораторного анализа, до забора проб

биологического материала или во время забора проб могут произойти события, которые способны привести к ошибкам в диагностике, неправильному лечению и фатальному исходу. Таким образом весь процесс лабораторного исследования, а также предшествующие и последующие манипуляции, процедуры должны полностью контролироваться для того, чтобы оценить и по возможности устранить воздействие всех мешающих точности результатов факторов.

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- принципы построения карт контроля качества,
- критерии оценки полученных данных по карте контроля качества.

уметь:

- построение контрольной карты;
- оценивать систематическую погрешность и общую воспроизводимость методики по контрольной карте;

овладеть ОК и ПК:

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес.

ОК 2. Организовывать собственную деятельность, выбирать типовые методы и способы выполнения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК 11. Быть готовым брать на себя нравственные обязательства по отношению к природе, обществу и человеку.

ПК 1.2. Проводить лабораторные общеклинические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 2.3. Проводить общий анализ крови и дополнительные гематологические исследования; участвовать в контроле качества.

ПК 3.1 Готовить рабочее место для проведения лабораторных биохимических исследований.

ПК 3.2 Проводить лабораторные биохимические исследования биологических материалов; участвовать в контроле качества.

ПК 4.2. Проводить лабораторные микробиологические и иммунологические исследования биологических материалов, проб объектов внешней среды и пищевых продуктов; участвовать в контроле качества.

для медицинского технолога

ПК 7.1. Готовить рабочее место и аппаратуру для проведения клинических лабораторных исследований.

ПК 7.2. Осуществлять высокотехнологичные клинические лабораторные исследования биологических материалов.

ПК 7.3 Проводить контроль качества высокотехнологичных клинических лабораторных исследований.

ПК 7.4 Дифференцировать результаты проведенных исследований с позиции норма - патология.

ПК 7.5 Регистрировать результаты проведенных исследований.

План изучения темы:

1. Актуализация знаний.

1. Какие ошибки возникают на разных этапах количественных определений?
2. Охарактеризуйте ошибки, возникающие на разных этапах количественных определений.
3. С какой целью в лаборатории проводят контроль качества лабораторных исследований?
4. Как проводить статистическую обработку результатов количественного определения анализов: расчет среднего арифметического погрешностей; воспроизводимость, стандартного отклонения?

2. Содержание темы.

Построение контрольной карты

Осуществление внутрिलाбораторного контроля качества для каждой из методик состоит из трех последовательных стадий;

1. Оценка внутрисерийной воспроизводимости методики.

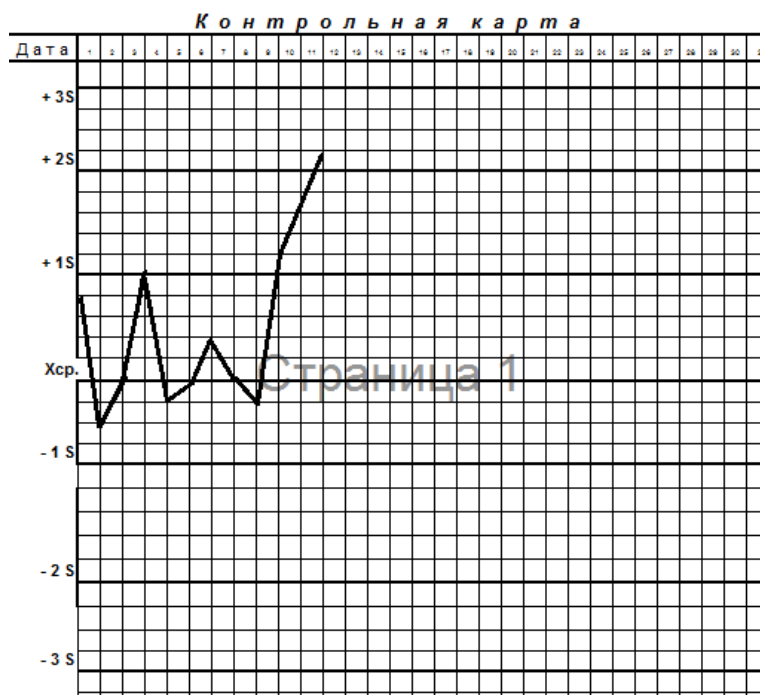
2. Оценка систематической погрешности и общей воспроизводимости методики, построение контрольных карт,

3. Проведение оперативного (текущего) контроля качества результатов лабораторных исследований в каждой аналитической серии.

Для решения второй задачи - построение контрольной карты выполняется следующее:

Для каждого из материалов с использованием рассчитанных значений строят контрольную карту. Контрольная карта представляет собой график, на оси абсцисс откладывают

клинико-диагностическая лаборатория ХОУД	
ВНУТРИЛАБОРАТОРНЫЙ контроль качества	
Тест	Альбумин V 3%
Метод	с бромкрезоловым зеленым
норма 38 - 54 г/л	



номер аналитической серии (или дату), а на оси ординат значения определяемого показателя в контрольном материале. Через середину оси ординат проводят линию, соответствующую средней арифметической величине $\bar{X}$, и параллельно этой линии отмечают линии, соответствующие контрольным пределам:

$\bar{X} \pm 1S$ - контрольный предел «1 среднее квадратическое отклонение»;
 $\bar{X} \pm 2S$ - контрольный предел «2 средних квадратических отклонений»; $\bar{X} \pm 3S$ - контрольный предел «3 средних квадратических отклонений».

Оценку полученных результатов проводят с использованием контрольных правил (признаков) Westgard:

- если ни один контрольный результат не превышает пределы $\bar{X} \pm 2S$, то аналитическая серия находится под контролем, воспроизводимость удовлетворительная. Если один результат превышает данный предел, контрольные данные проверяются при помощи следующих правил:

	Критерии и его описание	Тип ошибки
1 2s	Один результат в серии вышел за пределы $\bar{X} \pm 2S$ Сигнал для применения критериев: проверяется последовательно наличие всех нижеследующих признаков, и аналитическая серия признается неудовлетворительной, если присутствуют хотя бы один из них.	
1 3s	один результат в серии вышел за пределы $\bar{X} \pm 3S$	случайная
2 2s	два последовательных результата в серии вышли за пределы $\bar{X} + 2S$ или $\bar{X} - 2S$	систематическая
4 1s	Четыре последовательных результата в серии вышли за пределы $\bar{X} + 1S$ или $\bar{X} - 1S$	систематическая
10x	Десять последовательных измерений лежат по одну сторону от $\bar{X}_{ср}$ *может применяться самостоятельно.	систематическая

В том случае, если серия признается неудовлетворительной анализ приостанавливают, выявляют и устраняют возможные причины ошибки. Пробы, проанализированные в этой серии анализируют повторно.

3. Самостоятельная работа.

1. Работа с учебным текстом.

Прочитайте учебный текст «Построение контрольной карты». Законспектируйте в тетради контрольные правила (признаки) Westgard.

2. Построение контрольной карты и оценка полученных результатов, используя контрольные правила (признаков) Westgard.

Оцените внутрисерийную воспроизводимость методики определения общего белка.

№ п/п	X, г/л	$X - X_{cp}$	$(X - X_{cp})^2$
1.	69		
2.	73		
3.	70		
4.	69		
5.	72		
6.	72		
7.	71		
8.	73		
9.	70		
10.	69		
11.	73		
12.	73		
13.	75		
14.	74		
15.	76		
16.	77		
17.	75		
18.	77		
19.	73		
20.	72		

1. Постройте контрольную карту, рассчитав $X \pm 1S$; $X \pm 2S$; $X \pm 3S$.

2. Оцените полученные результаты используя контрольные правила (признаков) Westgard.

4. Подведение итогов.

Защита выполненных реакций.

Проверка оформления работы в тетради у преподавателя.

5. Домашнее задание.

(1) с. 281 - 288.

Самостоятельная работа студентов:

Вопросы для подготовки к итоговому занятию

1. Физико-химические методы анализа: перечислить, охарактеризовать.
2. Методы фотометрического анализа: краткая характеристика.
3. Принцип работы и правила подготовки ФЭКа к работе.
4. Принципы построения калибровочного графика для ФЭКа.
5. Классификация лабораторных ошибок.
6. Причины возникновения лабораторных ошибок.
7. Обнаружение и предупреждение систематических ошибок.
8. Характеристика критериев контроля качества лабораторных исследований (правильность, воспроизводимость).
9. Оценка внутрисерийной воспроизводимости методики при проведении внутрилабораторного контроля. Расчет: $\bar{X}$, S , CV .
10. Критерии оценки результатов внутреннего контроля качества по контрольной карте.

Основная литература

				Кол-во экземпляров	
№ п/п	Наименование, вид издания	Автор(-ы), составитель(- и), редактор(-ы)	Место издания, издательство, год	В библиотеке	На кафедре
1	2	3	4	5	6
1	<u>Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ</u> : учеб. пособие	Л. М. Пустовалова, И. Е. Никанорова	Ростов н/Д : Феникс, 2014.	36	

Дополнительная литература

				Кол-во экземпляров	
№ п/п	Наименование, вид издания	Автор(-ы), составитель(- и), редактор(-ы)	Место издания, издательств о, год	В библ иоте ке	На каф едр е
1	2	3	4	5	6
1	<u>Основы техники лабораторных работ</u> [Электронный ресурс] : учеб. пособие для обучающихся по специальности 31.02.03 - Лабораторная диагностика (очная форма обучения). - Режим доступа: http://krasgmu.vmede.ru/index.php?page[common]=elib&cat=&res_id=52823	сост. Е. Н. Казакова	Красноярск : КрасГМУ, 2015.	ЭБС КрасГМУ	
2	<u>Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ</u> [Электронный ресурс] : сб. метод. указаний для обучающихся к практ. занятиям по специальности 31.02.03 - Лабораторная диагностика (очная форма	сост. Е. Н. Казакова, Л. В. Ростовцева	Красноярск : КрасГМУ, 2015.	ЭБС КрасГМУ	

	обучения). Ч. 1. - Режим доступа: http://krasgmu.vmede.ru/index.php?page[common]=elib&cat=&res_id=52975				
3	<u>Химия</u> : учебник	Л. М. Пустовалова, И. Е. Никанорова	М. : КНОРУС, 2014.	36	

Электронные ресурсы:

1. ЭБС КрасГМУ "Colibris";
2. ЭБС Консультант студента;
3. ЭБС iBooks;
4. ЭНБ eLibrary