

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего 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 внеаудиторной (самостоятельной) работе
по специальности 31.02.03 – Лабораторная диагностика
(базовой, углубленной подготовки)

Красноярск
2016

УДК 616-074(07)

ББК 53.45

Ф 48

Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ: сб. метод. указаний для обучающихся к внеаудитор. (самостоят.) работе по специальности 31.02.03 – Лабораторная диагностика (базовой, углубленной подготовки) / сост. Л. В. Струкова ; Фармацевтический колледж. – Красноярск : тип. КрасГМУ, 2016. – 70 с.

Составители: Струкова Л.В.

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

Рекомендован к изданию по решению методического совета Фармацевтического колледжа (протокол № 4 от «12» декабря 2016 г.)

© ФГБОУ ВО КрасГМУ
им. проф. В.Ф.Войно-Ясенецкого
Минздрава России, Фармацев-
тический колледж, 2016

Оглавление

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА.....	4
Реакции катионов I, II, III группы	6
Реакции катионов IV, V, VI группы	11
Реакции анионов.....	16
Общие положения титриметрического анализа. Алкалиметрия	20
Перманганатометрия.....	30
Комплексонометрия	35
Фотоэлектроколориметрия. Спектрофотометрия	38
Построение калибровочного графика	44
Устройство Рн- метра	48
Погрешности и ошибки количественного анализа	52
Контроль качества лабораторных исследований	59
ВОПРОСЫ ДЛЯ ПОДГОТОВКИ К ИТОГОВОМУ ЗАНЯТИЮ.....	64
ПЕРЕЧЕНЬ КОНСПЕКТОВ, РЕФЕРАТОВ, ПРЕЗЕНТАЦИЙ.....	65
ГЛОССАРИЙ.....	66
УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ.....	70

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Сборник методических указаний для внеаудиторной (самостоятельной) работы по физико-химическим методам исследования и технике лабораторных работ предназначен для студентов, обучающихся по специальности 31.02.03 – Лабораторная диагностика (базовой, углубленной подготовки). Сборник составлен для самоподготовки обучающихся к практическим занятиям, закрепления знаний и умений, их углубления и расширения, а также развития самостоятельности студентов.

Для подготовки к практическому занятию необходимо изучить основной теоретический материал, который рассматривается на аудиторных занятиях. После изучения темы предлагается ответить на вопросы для самоподготовки.

Для углубленного изучения темы, формирования умений в пособие предлагается выполнение обязательной внеаудиторной работы. Самостоятельная работа состоит из заданий, которые необходимо выполнить по завершению изученной темы.

Одним из видов внеаудиторной самостоятельной работы является составление конспекта, подготовка рефератов и презентаций, тематика и требования к которым представлены в главе «Перечень конспектов, рефератов и презентаций».

Содержание пособия соответствует требованиям федерального государственного образовательного стандарта среднего профессионального образования по специальности 31.02.03 – Лабораторная диагностика (базовой, углубленной подготовки).

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;
- исследований в клинико-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 фотометрических, принципы работы иономеров, фотометров, спектрофотометров;
- современные методы анализа; понятия люминесценции, флуоресценции;
- методики определений, анализа ошибок и корректирующие действия. правила техники безопасности при проведении лабораторных света, спектра; электрометрических, основной закон хроматографических светопоглощениях; сущность методов; статистической проведения обработки контроля результатов качества выполненных количественных исследований.

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, 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.

Тема: 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 1,2,3 групп

Краткое 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.

Вопросы для самоподготовки

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?

Задания для самостоятельной работы студентов

1. Решите ситуационные задачи:

Задача 1. Для получения реактива, который используется при открытии одного из катиона I группы, в 50 мл воды растворяют 50 г иодида калия. К этому раствору при постоянном перемешивании прибавляют насыщенный раствор хлорида ртути (II) (6 г хлорида ртути (II) в 100 мл воды) до появления устойчивого осадка йодида ртути. Затем прибавляют 200 мл 6 н. раствора гидроксида калия и воду до 520 мл. Реактив сохраняют в темном месте.

При действии на испытуемый раствор данного реактива образуется красно-бурый осадок.

Задание:

1. Какой реактив получают описанным в задаче способом. Составьте соответствующие уравнения химических реакций.
2. О присутствии, какого иона свидетельствует реакция образования красно-бурого осадка? Подтвердите соответствующими уравнениями реакции.

Задача 2. В качественном анализе для открытия катиона калия используют реактив натрия гексанитрокобальтат (III). Реакцию нужно вести в слабокислой (уксусной) или нейтральной среде. Сильные кислоты разрушают реактив с выделением азотистой кислоты. Щелочная среда также недопустима, так как при действии щелочей реактив разрушается с образованием бурого осадка гидроксида кобальта (III). Эта реакция очень чувствительна – предельное разбавление 1:13000, а предел обнаружения калия составляет 20 мкг. Реакцию используют для осаждения иона K^+ из сыворотки при перманганатометрическом определении калия в крови. Нужно иметь в виду, что ион аммония с натрия гексанитрокобальтатом (III) также дает желтый осадок и, следовательно, в присутствии иона аммония эту реакцию использовать для открытия иона калия нельзя.

Задание:

1. Напишите уравнение реакции хлорида калия с гексанитрокобальтатом (III) натрия в молекулярном и ионном виде.
2. Какой цвет осадка образуется в данной реакции? Назовите его.

3. Какую роль калий выполняет в организме?

Задача 3. При действии хромата калия на один из катионов 2 аналитической группы выпал кирпично-красный осадок.

Задание:

1. О наличии какого катиона в растворе можно предположить? Напишите соответствующее уравнение реакции.
2. Какое влияние оказывает данный катион на организм человека.

Задача 4. В водном растворе имеется смесь катионов различных аналитических групп: K^+ , Ag^+ , Ca^{2+} , NH_4^+ .

Задание:

Предложите любые варианты разделения этих катионов при помощи общих и групповых реагентов, а также реакции их качественного определения. Напишите уравнения реакций и укажите условия их проведения.

Задача 5. Все растворимые в воде соединения этого иона высокотоксичны.

Симптомы острого отравления: слюнотечение, жжение во рту и пищеводе. Боли в желудке, повышенное кровяное давление, судороги, возможны и параличи, мышечная слабость, а также паралича мышц глотки и языка. Одышка, головокружение, шум в ушах, расстройство зрения. В случае тяжелого отравления смерть наступает внезапно или в течение одних суток. Тяжелые отравления наступают при приеме внутрь 0,2 — 0,5 г солей бария, смертельная доза 0,8 — 0,9 г.

Сульфат иона применяется при рентгенографии желудка и кишечника как контрастное средство.

Задание:

1. О каком ионе идет речь?
2. Напишите уравнение реакции действия группового реактива на данный ион.

2. Подготовить компьютерные презентации:

«Катион Na, его положение в периодической системе Д.И.Менделеева и действие на организм человека»

«Катион K, его положение в периодической системе Д.И.Менделеева и действие на организм человека»

«Катион NH_4 , его положение в периодической системе Д.И.Менделеева и действие на организм человека»

Раздел самоконтроля

Выберите один правильный вариант ответа

1. КАТИОНЫ ВТОРОЙ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ

1. Na^+ , K^+ , NH_4^+
2. Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+}
3. Ag^+ , Pb^{2+} , Hg^{2+}_2
4. Cu^{2+} , Hg^{2+}

2. КАТИОН ПЕРВОЙ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ

1. Ag^+
2. Hg^{2+}_2

3. Cu^{2+}

4. Na^+

3.ПРИ ДЕЙСТВИИ ГРУППОВОГО РЕАКТИВА НА КАТИОНЫ 2 АНАЛИТИЧЕСКОЙ ГРУППЫ ВЫПАДАЕТ ОСАДОК

1. белый творожистый

2. светло-желтый

3. желтый мелко-кристаллический

4. белый аморфный

4.СОЛИ КАЛИЯ ОКРАШИВАЮТ ПЛАМЯ В ЦВЕТ

1. фиолетовый

2. кирпично-красный

3. желтый

4. зеленый

5.ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ С ГЕКСАНИТРОКОБАЛЬТАТОМ (III) НАТРИЯ МОЖНО ОБНАРУЖИТЬКАТИОН

1. K^+

2. Ba^{2+}

3. NH_4^+

4. Hg_2^{2+}

6.РЕАКТИВ, ДЕЙСТВИЕМ КОТОРОГО МОЖНО ОБНАРУЖИТЬ КАТИОН NH_4^+

1. хлороводородная кислота

2. реактив Несслера

3. гидротартрат натрия

4. хромат калия

7.ВЫДЕЛЯЮЩИЙСЯ АММИАК МОЖНО ОБНАРУЖИТЬ ПРИ НАГРЕВАНИИ СОЛИ АММОНИЯ СО ЩЕЛОЧЬЮ

1. по изменению цвета лакмусовой бумажки

2. по выпадению осадка

3. по окрашиванию раствора

4. по изменению цвета пламени

8. ОСАДОК, ЛЕГКО РАСТВОРЯЮЩИЙСЯ В ИЗБЫТКЕ АММИАКА, С ОБРАЗОВАНИЕМ КОМПЛЕКСНОЙ СОЛИ

1. AgI

2. AgCl

3. Ag_2SO_4

4. AgOH

9. СОКРАЩЕННОЕ ИОННОЕ УРАВНЕНИЕ ДЕЙСТВИЯ ГРУППОВОГО РЕАКТИВА НА НИТРАТ СВИНЦА

1. $\text{Pb}^{2+} + 2\text{I}^- \rightarrow \text{PbI}_2$

2. $\text{Pb}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Pb}(\text{OH})_2$

3. $\text{Pb}^{2+} + 2\text{Cl}^- \rightarrow \text{PbCl}_2$

4. $\text{Pb}(\text{OH})_2 + \text{OH}^- \rightarrow \text{K}_2[\text{Pb}(\text{OH})_4]$

10.АМФОТЕРНЫМИ СВОЙСТВАМИ ОБЛАДАЕТ

1. гидроксид натрия

2. гидроксид аммония

3. гидроксид ртути (I)
4. гидроксид свинца (II)

Эталоны ответов

№ вопроса	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Вариант ответа	3	4	1	1	1	2	1	2	34	

Тема: 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;

Краткое 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 $Na[Al(OH)_4]$,

$\text{Na}_2 [\text{ZnOH}_4]$, $\text{Na}_3 [\text{CrOH}_6]$. 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.

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 $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $\text{Hg}(\text{OH})_2$ неустойчивы и разлагаются на соответствующий оксид и воду: $\text{Cu}(\text{OH})_2$ - при нагревании, $\text{Hg}(\text{OH})_2$ - 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: $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Hg}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, растворимые в воде.

Пятая аналитическая группа катионов

Характеристика группы

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). 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+}). 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. 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 .

Таблица 1 - Кислотно-основная классификация катионов

Номер группы	Групповой реагент	Катионы	Продукты взаимодействия и их свойства
I	Отсутствует	Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+	Отсутствуют
II	HCl	Ag^+ , Pb^{2+} , $[\text{Hg}_2]^{2+}$	AgCl (т), PbCl_2 (т), Hg_2Cl_2 (т). Осадки не растворяются в разбавленных кислотах
III	H_2SO_4	Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}	CaSO_4 (т), BaSO_4 (т), SrSO_4 (т). Осадки не растворяются в кислотах, щелочах, аммиаке
IV	NaOH (избыток)	Zn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Sn(II) , Sn(IV) , As(III) , As(V)	ZnO_2^{2-} , AlO_2^- , CrO_2^- , SnO_2^{2-} , SnO_3^{2-} , AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} (ионы в растворе)*
V	NaOH	Mg^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Bi^{3+} , Sb(III) , Sb(V)	Mg(OH)_2 (т), Mn(OH)_2 (т), Fe(OH)_2 (т), Fe(OH)_3 (т), Bi(OH)_3 (т), HSbO_2 (т), HSbO_3 (т). Осадки не растворяются в избытке щелочи и аммиака
VI	25%-ный раствор NH_3	Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+}	$[\text{Co(NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Ni(NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Cu(NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Cd(NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Hg(NH}_3)_4]^{2+}$ (ионы в растворе)

Вопросы для самоподготовки

1. Что такое групповой реагент? Селективный? Специфический?
2. Назовите катионы IV аналитической группы?
3. Какой реагент является групповым для этих катионов? На чем основан выбор данного группового реактива?
4. Назовите катионы V аналитической группы?
5. Какой реагент является групповым для этих катионов? На чем основан выбор данного группового реактива?
6. Напишите формулы продуктов реакции взаимодействия группового реактива с катионами V группы.
7. Чем отличается действие группового реактива V аналитической группы от действия группового реактива IV аналитической группы?
8. Назовите катионы VI аналитической группы?
9. Какой реагент является групповым для катионов VI аналитической группы? На чем основан выбор данного группового реактива?
10. Почему катионы VI аналитической группы имеют склонность к комплексообразованию?

Задания для самостоятельной работы студентов

1. Решите ситуационные задачи:

Задача 1. В четырех пробирках находятся растворы следующих солей: сульфат меди (II), хлорид меди (II), иодид калия, хлорид бария.

Задание:

1. Как определить, в какой пробирке находится каждый из растворов, не используя дополнительные реактивы
2. Составить соответствующие уравнения химических реакций

Задача 2. В водном растворе имеется смесь катионов различных аналитических групп: Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} .

Задание:

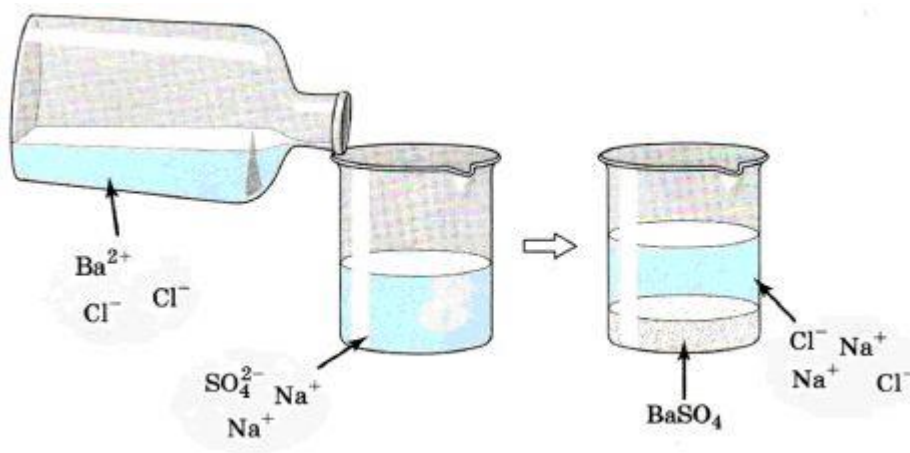
1. Предложите любые варианты разделения этих катионов при помощи общих и групповых реагентов
2. Напишите уравнения реакций и укажите условия их проведения.

Задача 3. Сульфат натрия $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ (глауберова соль) применяют не только как слабительное средство, но и в качестве противоядия при отравлении солями бария и свинца, с которыми он дает нерастворимые осадки сульфатов бария и свинца.

Задание:

1. Составьте соответствующие уравнения химических реакций подлинности сульфата натрия
2. Составьте ситуационные задачи в рисунках по определению катионов IV – VI групп.

Например



3. Подготовить компьютерные презентации:

«Катион Fe, его положение в периодической системе Д.И. Менделеева и действие на организм человека»

«Катион Mg, его положение в периодической системе Д.И. Менделеева и действие на организм человека»

«Катион Al, его положение в периодической системе Д.И. Менделеева и действие на организм человека»

Раздел самоконтроля

Выберите один правильный вариант ответа

1. ГРУППОВОЙ РЕАКТИВ НА КАТИОНЫ V ГРУППЫ

1. Na_2CO_3

2. H_2SO_4
3. NaOH
4. HCl
2. $\text{Hg}^{2+} + ? \rightarrow \text{HgO}$ (желтый осадок)
 1. HCl
 2. Na_2CO_3
 3. NaOH
 4. O_2
3. ЦВЕТ РАСТВОРА $\text{Cu}^{2+} + \text{NH}_3[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
 1. синий
 2. желтый
 3. красный
 4. голубой
4. КАТИОНЫ ЖЕЛЕЗА (I, II), МАГНИЯ, МАРГАНЦА (II) ОТНОСЯТСЯ К ГРУППЕ
 1. I
 2. II
 3. III
 4. IV
 5. V
5. КАТИОНЫ МЕДИ (II), РТУТИ (II) ОТНОСЯТСЯ К ГРУППЕ
 1. II
 2. III
 3. IV
 4. V
 5. VI
6. ЦВЕТ ОСАДКА ГИДРОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III)
 1. бурый
 2. кирпично-красный
 3. голубой
 4. зеленый

Задания на соответствие

7. РЕАКТИВЫ НА КАТИОНЫ 5 ГРУППЫ

А. магний	1. Na_2HPO_4
Б. железо (II)	2. $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
В. железо (III)	3. $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

8. УСТАНОВИТЬ СООТВЕТСТВИЕ

А. красная кровяная соль	1. $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
Б. желтая кровяная соль	2. $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
В. турнбулевая синь	3. $\text{Fe}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$

Эталоны ответов

№ вопроса	1	2	3	4	5	6	7	8
Вариант ответа	3	3	1	5	5	4	1а,2в,3б	1а,2б,3в

Тема: 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.

Краткое содержание темы

Классификация анионов основана на различной растворимости солей серебра и бария. По данной классификации все анионы делятся на три аналитические группы (см. табл. 1).

Таблица 1

Классификация анионов

Группа	Анионы	Групповой реагент
I	SO_4^{2-} ; SO_3^{2-} ; CO_3^{2-} ; PO_4^{3-} ; SiO_3^{2-} и др.	BaCl_2
II	Cl^- ; I^- ; Br^- ; S^{2-} и др.	$\text{AgNO}_3 + \text{HNO}_3$
III	NO_3^- ; NO_2^- ; CH_3COO^-	Отсутствует

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.

Вопросы для самоподготовки

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?

Задания для самостоятельной работы студентов

1. Решите ситуационные задачи:

Задание 1. В пяти пробирках без этикеток находятся растворы гидроксида, сульфида, хлорида, йодида натрия и аммиака.

Задание:

1. Как определить эти вещества при помощи одного дополнительного реактива?
2. Приведите уравнения химических реакций.

Задание 2. Даны растворы хлорида натрия, хлорида аммония, гидроксида бария, гидроксида натрия, находящиеся в сосудах без этикеток.

Задание:

1. Как распознать растворы используя лишь эти растворы?
2. Напишите уравнения реакций и укажите условия их проведения.

Задание 3. В восьми пронумерованных пробирках находятся водные растворы соляной кислоты, гидроксида натрия, сульфата натрия, карбоната натрия, хлорида аммония, нитрата свинца, хлорида бария, нитрата серебра.

Задание:

1. Используя индикаторную бумагу и проводя любые реакции между растворами в пробирках, установить, какое вещество содержится в каждой из них.
2. Напишите уравнения реакций и укажите условия их проведения.

Задание 4. В двух пробирках имеются растворы гидроксида натрия и сульфата алюминия.

Задание:

1. Как их различить, по возможности, без использования дополнительных веществ, имея только одну пустую пробирку или даже без нее?
2. Напишите уравнения реакций и укажите условия их проведения.

Задание 5. В одном растворе одновременно присутствуют анионы Cl^- и Br^- , в другом Cl^- и I^- .

Задание:

1. С помощью каких реагентов можно определить данные анионы?
2. Напишите уравнения химических реакций в молекулярном и ионном виде.

2. Составьте ситуационные задачи в рисунках по определению анионов.

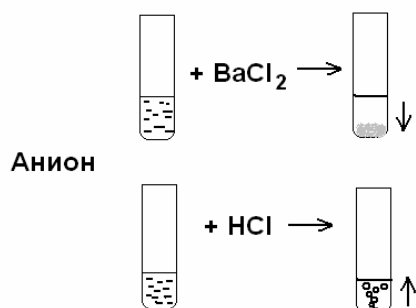
Например, Определите о каком анионе идет речь, если известно, что при добавлении лакмуса цвет раствора становится синим, а при добавлении фенолфталеина-малиновый?



Раздел самоконтроля

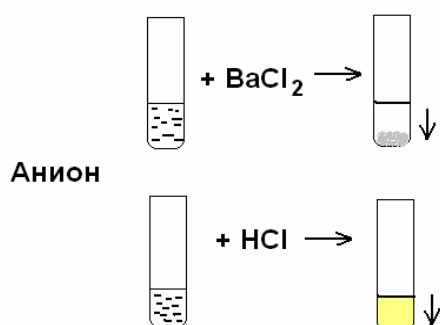
Выберите один правильный вариант ответа

1. УСТАНОВИТЬ СООТВЕТСТВИЕ



1. PO_4^{3-}
2. SO_4^{2-}
3. CO_3^{2-}
4. Cl^-

2. УСТАНОВИТЬ СООТВЕТСТВИЕ



1. SO_4^{2-}
2. $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
3. $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$
4. CH_3COO^-

3. ГРУППОВОЙ РЕАКТИВ ДЛЯ РАСПОЗНОВАНИЯ ХЛОРИД - АНИОНА

1. нитрат серебра
2. хлорид бария
3. серная кислота
4. гидроксид натрия

4. ГРУППА АНИОНОВ С ГРУППОВЫМ РЕАКТИВОМ ХЛОРИДОМ БАРИЯ

1. I
2. II
3. III
4. IV

5. АНИОН, ОБРАЗУЮЩИЙ БЕЛЫЙ ХЛОПЬЕВИДНЫЙ ОСАДОК С НИТРАТОМ СЕРЕБРА

1. хлорид
2. бромид
3. иодид
4. сульфид

6. АНИОНЫ 1 ГРУППЫ

1. $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$
2. CO_3^{2-}
3. CH_3COO^-
4. Br^-
5. Cl^-

7. АНИОНЫ II ГРУППЫ

1. Cl^-
2. Br^-
3. CH_3COO^-
4. SO_4^{2-}
5. PO_4^{3-}

8. АНИОН III ГРУППЫ

1. PO_4^{3-}
2. Cl^-
3. $C_2O_4^{2-}$
4. CH_3COO^-

9. ГРУППА АНИОНОВ, В КОТОРОЙ ОТСУТСТВУЕТ ГРУППОВОЙ РЕАКТИВ

1. I
2. II
3. III
4. IV

Эталоны ответов

№ вопроса	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Вариант ответа	3	2	1	1	1	4	3	1,2	1,2

Тема: ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ ТИТРИМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. АЛКАЛИМЕТРИЯ

Значение темы:

Кислотно-основный метод применяется для количественного определения кислот и щелочей, а также некоторых солей, образованных сильными основаниями и слабыми кислотами (Na_2CO_3 , $Na_2B_4O_7$). 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.

Краткое содержание темы

Химические методы количественного анализа рассматриваются в курсе аналитической химии и включают в себя гравиметрию (весовой анализ) и титриметрию (объемный анализ).

Гравиметрические методы основаны на точном измерении массы определяемого компонента пробы, отделенного от остальных компонентов системы, в элементном виде (устойчивой форме) данного компонента или в виде соединения его точно известного состава. Достоинство метода в очень большой точности, простоте выполнения, хорошей воспроизводимости результатов. Недостаток - трудоемкость и длительность анализа.

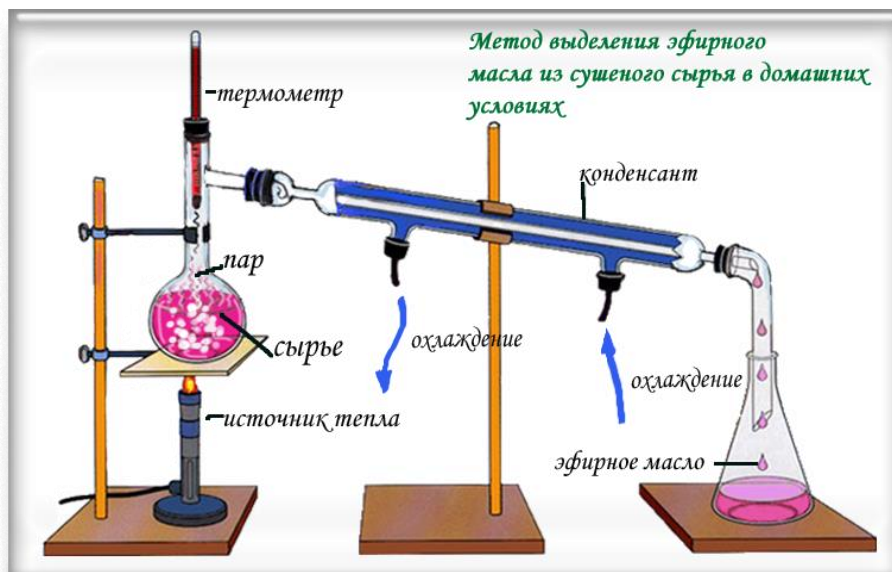
Классификация методов гравиметрического анализа

По способу отделения определяемого компонента различают методы осаждения, отгонки и выделения.

Метод осаждения. Определяемый компонент раствора вступает в химическую реакцию с прибавляемым реагентом-осадителем, образуя малорастворимый продукт - аморфный или кристаллический осадок, который отделяют, промывают, высушивают (при необходимости – прокаливают) и взвешивают на аналитических весах



Методы отгонки. Определяемый компонент выделяют из анализируемой пробы в виде газообразного вещества и измеряют либо массу отогнанного вещества - прямой метод, либо массу остатка - косвенный метод. Метод применяют иногда в сочетании с экстракцией: определяемый компонент извлекают из водного раствора органическим реагентом (например, хлороформом) в органическую фазу, которую затем отделяют от водной фазы. Органический растворитель отгоняют и взвешивают полученный сухой остаток.



Высушивание проводят при более низкой температуре в сушильном шкафу. Для высушивания навесок веществ их помещают в стеклянные бюксы (рис. 10) или фарфоровые тигли.



Рис. 10. Стеклянные бюксы

Взятие навески. Точное взятие навески играет решающую роль в количественном анализе

1. Для взятия навесок твердых веществ пользуются часовым стеклом, бюксами, пробирками.
2. Для жидких веществ- капельницы, маленькие колбы вместимостью 1-2 мл, желатиновые капсулы, подвесные пипетки с пришлифованными кранами.
3. Для взятия навесок легко летучих веществ применяют тонкостенные ампулы, из которых перед заполнением удаляют воздух.

Оборудование для гравиметрического анализа

Электропечь лабораторная

SNOL 8,2/1100 (рис. 11)

предназначена для

термообработки веществ при

температуре от 50 до 1100°C.

Работа с ней требует предельной

собранныйности, осторожности и

соблюдения всех правил

безопасности во избежание

получения термических ожогов.

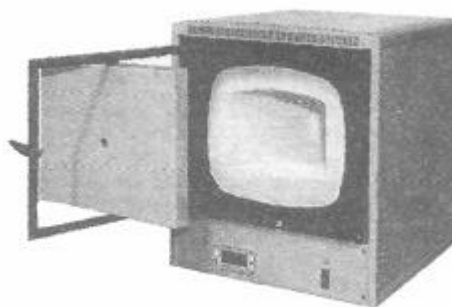


Рис. 11. Электропечь

Печь включается нажатием тумблера на передней панели, при этом загорится сигнальная лампа. Управление температурным режимом производится с помощью кнопок «больше» или «меньше», расположенных на пульте управления. Нажимая на них, устанавливают на нижнем дисплее необходимую температуру. На верхнем дисплее высвечивается значение текущей температуры в камере электропечи. После окончания работы необходимо отключить печь нажатием тумблера.

Требования к осаждаемой форме.

1. Осаждаемая форма должна владеть достаточно маленькой растворимостью, без чего невозможно практически полное осаждение определяемого иона. Как известно, растворимость малорастворимых электролитов характеризуется величиной их ПР. Опыт показывает, что практически полное осаждение имеет место, если ПР осадка не превышает 1×10^{-8} . Поэтому соединения с $\text{ПР} > 10^{-8}$ в качестве осаждаемой формы в гравиметрии, как правило не применяются.

2. Осадок должен быть по возможности как можно больше крупнокристаллическим для возможности быстрого фильтрования и промывания от примесей. Крупнокристаллические осадки, как правило, почти не забивают поры фильтра и, имея слабо развитую поверхность, мало адсорбируют посторонние вещества из раствора и легко отмываются от них. Аморфные осадки, в особенности гелеподобные, например: $\text{Al}(\text{OH})_3$, имеют сильно развитую поверхность и потому значительно адсорбируют посторонние вещества из раствора и очень трудно отмываются от них. Кроме того, фильтрование проходит тоже очень медленно. Мелкокристаллические осадки, например: BaSO_4 , CaC_2O_4 , тоже мало удобны, так как забивают поры фильтра, имеют большую площадь поверхности. Кроме того, такие осадки легко проходят через поры фильтра, что не допустимо в весовом анализе.

3. Осаждаемая форма должна достаточно легко превращаться в гравиметрическую (весовую) форму.

Требования к весовой форме.

1. Важнейшее требование – точное соответствие состава химической формуле (осаждаемая $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ° $\text{Fe}_2\text{O}_3 \times x\text{H}_2\text{O}$, а весовая! Fe_2O_3).

2. Достаточная химическая устойчивость весовой формы. Очевидно, что работа очень усложнится, если весовая форма будет легко изменять свой состав, вследствие, например, поглощения водных паров или CO_2 из воздуха, окисления или восстановления, разложения и других процессов. Ведь при этом нарушается соответствие состава осадка формуле. Например, весовая форма CaO плохая, так как поглощает H_2O и CO_2 из воздуха, поэтому лучше весовой формой будет CaSO_4 .

3. Содержание определяемого элемента в весовой форме должно быть по возможности меньшим, так как погрешности определения (например, погрешность взвешивания, потеря при растворимости или неполное перенесение осадка на фильтр) при этом будут меньше проявляться на конечном результате анализа. Например, одинаковая по абсолютной величине погрешность при определении массы осадков BaCrO_4 , Cr_2O_3 влияет на найденное содержание хрома в первом случае в 3,5 раза меньше, чем в втором. Действительно, потеря 1 мг осадка при анализе отвечает следующим погрешностям при определении массы хрома:

Весовая форма Cr_2O_3	Весовая форма BaCrO_4
В 152 г Cr_2O_3 содержится 104 г Cr	В 253,3 г BaCrO_4 содержится 52 г Cr
В 1 мг Cr_2O_3 - x мг Cr	В 1 мг BaCrO_4 - x мг Cr
$X = 104 \times 1/152 = 0,7 \text{ мг (Cr)}$	$X = 52 \times 1/253,3 = 0,2 \text{ мг (Cr)}$

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

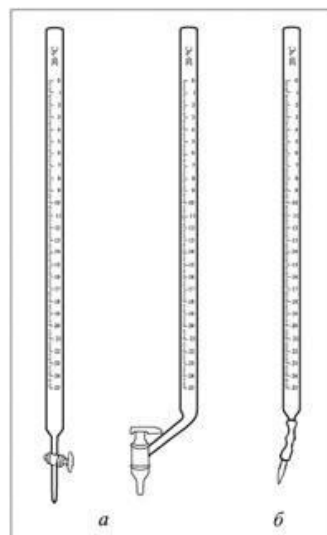
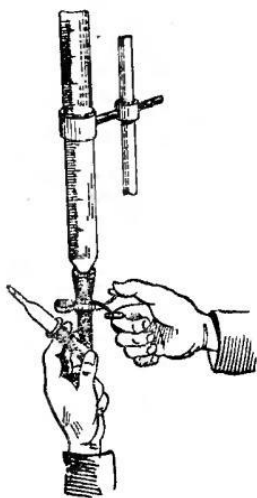
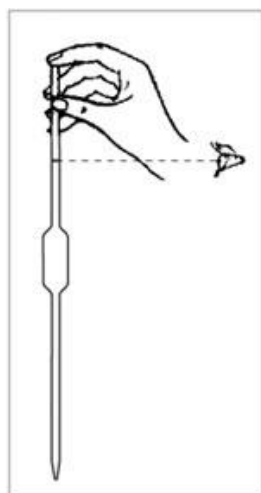
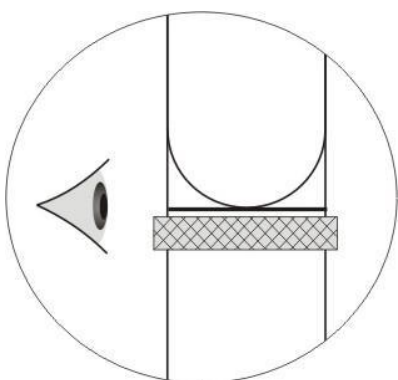


Рис. 1. Бюретки с зажимом, краном (а) и «бусинкой»(б)

Правила работы с бюреткой

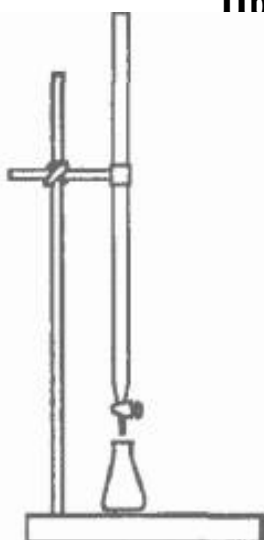
Рис. 3. Положение мениска



- Установить бюретку вертикально в лапке штатива, вставить воронку.
- Промыть бюретку дистиллированной водой.
- Промыть бюретку рабочим раствором на $2/3$ 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. Затем, осторожно приоткрывая кран, наметить деление. Следует установить уровень жидкости на нулевое. Уровень жидкости прозрачных растворов устанавливают по нижнему мениску.

Рис. 5 Установка для титров

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.

МЕТОД НЕЙТРАЛИЗАЦИИ		
	АЛКАЛИМЕТРИЯ	АЦИДИМЕТРИЯ
Основное уравнение	$H^{+} + OH^{-} \rightarrow H_2O$	
Титрант	NaOH, КОН При самом тщательном хранении растворы щелочей довольно быстро меняют свой титр.	HCl, H ₂ SO ₄ Приготовить р-р кислоты точной концентрации из конц. Невозможно т.к. серная кислота гигроскопична, хлороводородная — выделяет хлороводород.
Установочное вещество	H ₂ C ₂ O ₄ *2H ₂ O щавелевая кислота H ₂ C ₄ H ₄ O ₄ янтарная кислота	Na ₂ B ₄ O ₇ *10H ₂ O бура Na ₂ CO ₃ химически чистая сода
При определении...	кислот	щелочей

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:
концентрация,

объем титранта (Ст, Vт) объем раствора определяемого вещества (Vх)

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.

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

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

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.

Вопросы для самоподготовки

1. Напишите основное уравнение метода нейтрализации.
2. Что такое алкалиметрия? Ацидиметрия?
3. Можно ли приготовить рабочий раствор NaOH по точно взятой навеске? Почему?
4. Растворы, каких веществ используются для стандартизации рабочего раствора NaOH?
5. Перечислите индикаторы, применяемые в методе нейтрализации? Чем обусловлен выбор индикатора?
6. Какую окраску имеет метилоранж при pH=3?
7. Какую окраску имеет фенолфталеин при pH=9?
8. Рассчитайте и опишите технику приготовления 100 мл. 0,1н. раствора NaOH из сухой навески.

Задания для самостоятельной работы студентов

1. Конспектирование «Типы гравиметрических определений, применение в медицинских лабораториях».
2. Содержание соляной кислоты в желудочном соке составляет 0,4-0,5% (масс.). Вычислите, сколько мл 0,1000 моль/л раствора NaOH израсходовано на титрование 10,00 мл желудочного сока ($\rho = 1,0$ г/мл).
3. Количественное определение кодеина – препарата успокаивающего действия – проводят раствором HCl в присутствии метилового красного, интервал перехода которого pH 4,2 – 6,3. Объясните область pH раствора, в которой лежит точка эквивалентности данного титрования.
4. Рассчитать молярные массы эквивалентов H_2SO_4 и $Ba(OH)_2$ в реакциях полной нейтрализации и в реакциях неполной нейтрализации.
5. Сколько граммов $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ содержится в 400 мл 0,1 н р-ра? Рассчитать титр этого раствора. 57 Ответ: 7,628 г; 0,01907 г/мл.

6. Определить эквивалентную концентрацию раствора ортофосфорной кислоты, если в 3л раствора содержится 19,6 г H_3PO_4 . Ответ: 0,2 н.
7. Сколько граммов $\text{Ca}(\text{OH})_2$ требуется для нейтрализации 0,5 моль-экв. кислоты? Ответ: 18,5 г.
8. Определить эквивалентную концентрацию раствора H_2SO_4 , если известно, что на нейтрализацию 0,09 моль-экв. щелочи необходимо 20 мл раствора этой кислоты. Ответ: 4,5 н.
9. Сколько граммов гидроксида натрия было в растворе, если на нейтрализацию этого раствора израсходовано 25 мл 0,8 н раствора соляной кислоты? Ответ: 0,8 г.
10. Какой объем 0,03 н раствора уксусной кислоты требуется для нейтрализации раствора, содержащего 0,0855 г $\text{Ba}(\text{OH})_2$ в 10 мл? Ответ: 33 мл.
11. Сколько граммов KOH содержится в 1л 25%-го раствора ($\rho=1,24$ г/мл)? Рассчитать титр и эквивалентную концентрацию этого раствора. Ответ: 310 г; 0,31 г/мл; 5,54 н.
12. На нейтрализацию 12 мл раствора HNO_3 , с титром 0,008505 г/мл израсходовано 36 мл раствора $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Рассчитать Сэкв раствора $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Ответ: 0,045 н.

Раздел самоконтроля

Выберите один правильный вариант ответа

1. РАБОЧИЕ РАСТВОРЫ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ

- | | |
|-----------------|----------------------------|
| 1. Алкалиметрия | А) NaOH |
| 2. Ацидиметрия | Б) H_2SO_4 |

2. ИНДИКАТОРЫ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ

- | | |
|----------------------|--------------------|
| 1 Нейтрализация | А. фенолфталеин |
| 2 Перманганатометрия | Б. безиндикаторный |
| 3 Комплексонометрия | В. эриохром черный |

3. ОСНОВНОЕ УРАВНЕНИЕ ТИТРОВАНИЯ

$$1. C_{\text{э}} = \frac{m}{M_{\text{э}} * V}$$

$$2. W = \frac{m_{\text{в}}}{m_{\text{р}}} * 100\%$$

$$3. T = \frac{C_{\text{э}} * M_{\text{э}}}{1000}$$

$$4. \frac{C_1}{C_2} = \frac{V_2}{V_1}$$

4. МЕРНАЯ ПОСУДА ДЛЯ РАБОЧЕГО РАСТВОРА ПРИ ТИТРОВАНИИ

1. химический стакан
2. бюретка
3. коническая колба
4. мерная колба

5. ФОРМУЛА РАСЧЕТА ТИТРА

1. $X = \frac{C_2 * M_2}{1000}$
2. $X = \frac{m}{M_2 * V}$
3. $X = \frac{m_e}{m_p} * 100\%$
4. $X = f_{экв} * Mr$

6. ЕДИНИЦА ИЗМЕРЕНИЯ ТИТРА

1. моль/л
2. г/моль
3. мг
4. моль/л*сек
5. г/мл

7. ОКРАСКА ФЕНОЛФТАЛЕИНА В ТОЧКЕ ЭКВИВАЛЕНТНОСТИ

1. желтая
2. синяя
3. бледно фиолетовая
4. бледно розовая
5. оранжевая

8. ОКРАСКА МЕТИЛОВОГО ОРАНЖЕВОГО В ТОЧКЕ ЭКВИВАЛЕНТНОСТИ

1. розовая
2. желтая
3. малиновая
4. синяя
5. оранжевая

9. РЕАКЦИЯ, В ОСНОВЕ МЕТОДА НЕЙТРАЛИЗАЦИИ

1. окисления-восстановления
2. комплексообразования
3. осаждения
4. ионного обмена

10. ПОКАЗАТЕЛЬ ТИТРОВАНИЯ (PH) ДЛЯ МЕТИЛОРАНЖА

1. 10
2. 9
3. 7
4. 4

Эталонные ответы

№ вопроса	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Вариант ответа	1Б 2А	1А 2Б 3В	4	2	1	5	4	2	4	4

Тема: 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:

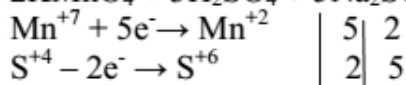
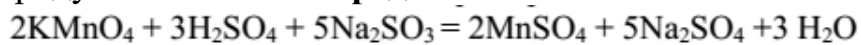
- проводить титрование растворов;
- фиксировать точку эквивалентности;
- выполнять расчеты в титриметрическом анализе;

Краткое содержание темы

В основе оксидиметрии лежат окислительно-восстановительные реакции. Оксидиметрия подразделяется на ряд методов: иодометрия, хроматография, броматометрия и др.

Метод перманганатометрии применяется для определения окисляемости воды, то есть для окисления органических веществ и восстановителей, присутствующих в сточных водах.

Перманганат калия является сильным окислителем, особенно в кислой среде. В зависимости от среды KMnO_4 восстанавливается до различных конечных продуктов. **В кислой среде:**

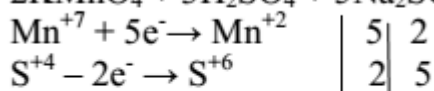
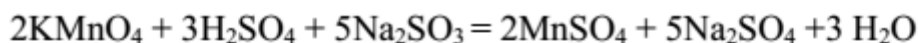


$$M(\text{KMnO}_4) = 158 \text{ г/моль}$$

$$M_{\text{экв}}(\text{KMnO}_4) = \frac{M}{5} = \frac{158}{5} = 31.61 \text{ г/моль-экв.}$$

Для подкисления прибавляют только серную кислоту (HCl вступает с KMnO_4 в окислительно-восстановительную реакцию).

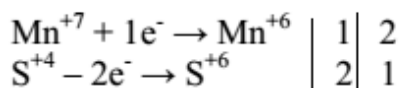
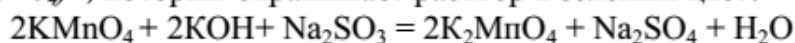
Ионы MnO_4^- придают раствору малиновую окраску. В процессе титрования раствор обесцвечивается. В момент, когда в растворе не остается восстановителя, от прибавления одной капли KMnO_4 титруемая смесь приобретает розовую окраску. Таким образом, конец реакции фиксируется с помощью рабочего раствора и индикатор в этом случае не используется.



$$M(\text{KMnO}_4) = 158 \text{ г/моль}$$

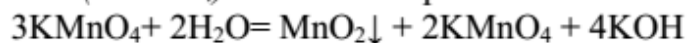
$$M_{\text{экв}}(\text{KMnO}_4) = \frac{M}{z} = \frac{158}{5} = 31,61 \text{ г/моль-экв.}$$

При титровании в щелочной среде Mn^{+7} восстанавливается до $(\text{Mn}^{+6}\text{O}_4)^{-2}$, который окрашивает раствор в зеленый цвет:



$$M_{\text{экв}}(\text{KMnO}_4) = \frac{M}{z} = \frac{158}{3} = 52,67 \text{ г/моль-экв.}$$

Ион $(\text{Mn}^{+6}\text{O}_4)^{-2}$ очень быстро восстанавливается до MnO_2 :

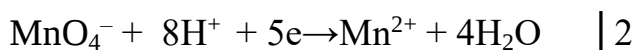


Образование темного осадка затрудняет определение конца реакции, поэтому титрование проводят в кислой среде, прибавляя изб. кислоты.

В некоторых случаях реакция окисления KMnO_4 идет с небольшой скоростью. Поэтому титрование проводят в нагретом почти до кипения раствора. Реакция ускоряется и за счет действия катализатора Mn^{2+} , образующегося в процессе реакции (автокатализ). Однако в начале титрования катализатор отсутствует, поэтому первые порции раствора KMnO_4 реагируют медленно, и начать титровать нужно с прибавления небольших порций KMnO_4 .

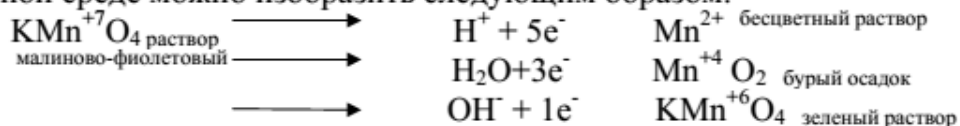
Титрованный раствор KMnO_4 по точной навеске приготовить нельзя, так как KMnO_4 всегда содержит примеси, например MnO_2 . Кроме того, он легко восстанавливается, реагируя с примесями в воздухе. Поэтому раствор KMnO_4 . Готовят приблизительно нужной концентрации, а точный титр рассчитывают.

Исходным веществом для установки титра KMnO_4 служит щавелевая кислота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. При титровании протекает следующая реакция:



Перманганатометрию чаще всего применяют для анализа восстановителей. Однако метод можно применять и для определения окислителей. В этом случае используют **обратное** титрование, прибавляя к определенному веществу заведомо избыточное точно отмеренное количество раствора восстановителя. Затем избыток восстановителя титруют раствором KMnO_4 .

Схематически процесс окисления $KMnO_4$ в кислой, нейтральной и щелочной среде можно изобразить следующим образом:



Молярная концентрация эквивалента растворенного вещества, или *нормальная концентрация*, или *нормальность*,

$C_{\text{ЭКВ}}$ – число молей эквивалентов растворенного вещества $n_{\text{ЭКВ}}$ в 1 л раствора, мольЭКВ/л

$$C(^{1/z}X) = n(^{1/z}X)/V = m/M(^{1/z}X) \cdot V$$

$M(^{1/z}X)$ – молярная масса эквивалента растворенного вещества (г/моль экв);

V – объем раствора (л); m – масса растворенного вещества (г).

$$M(^{1/z}X) = ^{1/z}X \cdot M(X)$$

Молярная масса эквивалента $KMnO_4$ равна:

$$M(1/5KMnO_4), \text{ г/моль} = M(KMnO_4) \cdot f_x = 158,03 \cdot 1/5 = 31,61.$$

$$V_{H_2C_2O_4} \cdot N_{H_2C_2O_4} = V_{KMnO_4} \cdot N_{KMnO_4}$$

$f(x)$ - фактор эквивалентности (число, показывающее, какую долю реальной частицы составляет эквивалент)

$$f(x) = 1 / Z, \text{ где } Z$$

для кислот равен основности кислоты: $f(HNO_3) = 1$; $f(x)(H_2SO_4) = 1/2$.

для основания равна кислотности основания: $f(NaOH) = 1$, $f(Ca(OH)_2) = 1/2$

для солей равна произведению степени окисления металла на число его атомов в молекуле соли:

$$f(Na_2SO_4) = 1/1 \cdot 2, f(Al_2(SO_4)_3) = 1/2 \cdot 3.$$

Титр – масса вещества, растворённого в 1 мл раствора.

Для расчёта титра пользуются формулами:

$$T = m/V$$

$$T = \frac{N_{KMnO_4} \cdot \Theta_{KMnO_4}}{1000} [\text{г} / \text{мл}]$$

Вопросы для самоподготовки

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 $\text{M}_\text{эокислителя}$, восстановителя.
7. Решите задачу: приготовить 100мл 0,1н раствора перманганата калия.

Задания для самостоятельной работы студентов

1. Сколько граммов перманганата калия нужно взять для приготовления 1 л его раствора, если $T = 0,008348$ г/мл? Среда кислая.
Ответ: 8,35 г
2. Навеску KMnO_4 в 1,875 г растворили и довели объем раствора водой до 500 мл. Вычислить $\text{С}_{\text{экв}}$ раствора для реакции: а) в кислой среде; б) в щелочной среде.
Ответ: а) 0,1187 н; б) 0,02373 н
3. На окисление 25 мл 0,02 н раствора KMnO_4 соли Мора требуется 40 мл раствора. Определить $\text{С}_{\text{экв}}$ и титр раствора KMnO_4 .
Ответ: 0,0125 н; 0,0003951 г/мл
4. Сколько перманганата калия потребуется на окисление 0,3 моль-экв. щавелевой кислоты в кислой среде?
Ответ: 9,483 г
5. Сколько граммов KMnO_4 необходимо для приготовления 5 л раствора, титр которого равен 0,00316 г/мл, в кислой среде?
Ответ: 15,8 г
6. Какой объем 0,02 н раствора KMnO_4 требуется для окисления 0,1 моль-экв. соли Мора?
Ответ: 5 л
Напишите формулу расчета молярной массы эквивалента а) окислителя; б) восстановителя.
7. Напишите формулу вещества, используемого для стандартизации KMnO_4 . Рассчитайте его $\text{M}_\text{э}$.
8. Рассчитайте массу навески, необходимую для приготовления 100 мл. 0,1н. раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
9. Напишите уравнение реакции, происходящей при титровании щавелевой кислоты раствором перманганата калия в кислой среде. Укажите окислитель и восстановитель.
10. Допишите уравнение реакции: $\text{KMnO}_4 + \text{FeSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow$
Укажите окислитель и восстановитель.
11. На титрование 10 мл. 0,1н. раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ пошло 9,80 мл. KMnO_4 . Определите С_{KMnO_4} .
12. На титрование 20 мл щавелевой кислоты с $T = 0,00126$ г/мл. было затрачено 15 мл. раствора KMnO_4 . Чему равна нормальность KMnO_4 ?

Раздел самоконтроля

Выберите один правильный вариант ответа

1. РАСТВОР ВЕЩЕСТВА, КОНЦЕНТРАЦИЮ КОТОРОГО ОПРЕДЕЛЯЮТ ПЕРМАНГНАТОМЕТРИЕЙ

1. перекись водорода
2. дихромат калия
3. серная кислота
4. хлороводородная кислота

2. БЕЗИНДИКАТОРНЫЙ МЕТОД ТИТРИМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

1. комплексонометрия
2. нейтрализация
3. иодометрия
4. перманганатометрия

3. УСТАНОВОЧНОЕ ВЕЩЕСТВО ДЛЯ ПЕРМАНГАНАТА КАЛИЯ

1. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
2. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
3. $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
4. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

4. КИСЛОТА, ПРИМЕНЯЕМАЯ ДЛЯ ПОДКИСЛЕНИЯ В МЕТОДЕ ПЕРМАНГНАТОМЕТРИИ

1. серная
2. соляная
3. азотная

4. уксусная

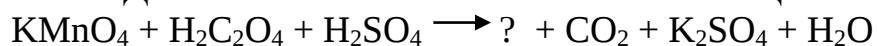
5. ТИП РЕАКЦИИ, ЛЕЖАЩИЙ В ОСНОВЕ ПЕРМАНГНАТОМЕТРИИ

1. окисления-восстановление
2. замещение
3. нейтрализации
4. разложения
5. комплексообразование

6. ОКРАСКА РАСТВОРА В ТОЧКЕ ЭКВИВАЛЕНТНОСТИ В ПЕРМАНГНАТОМЕТРИИ

1. розовая
2. желтая
3. фиолетовая
4. малиновая

7. ПРОДУКТ ВОССТАНОВЛЕНИЯ МАРГАНЦА:



1. MnO
2. MnO_2
3. MnSO_4
4. K_2MnO_4

8. СРЕДА РАСТВОРА В ПЕРМАНГНАТОМЕТРИИ

1. кислая
2. нейтральная
3. щелочная

9. УСТАНОВОЧНОЕ ВЕЩЕСТВО (КИСЛОТА) В ПЕРМАНГНАТОМЕТРИИ

1. щавелевая

2. янтарная
3. хлороводородная
4. серная

10. ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНАЯ РЕАКЦИЯ ЛЕЖИТ В ОСНОВЕ МЕТОДА

1. нейтрализации
2. комплексонометрии
3. перманганатометрии
4. алкалиметрии

Эталоны ответов

№ вопроса	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Вариант ответа	1	4	1	1	1	1	3	1	13	

Тема: 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;

Краткое 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 – двунатриевую соль этилендиаминтетрауксусной кислоты – комплексон III или трилон Б: $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ 40

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

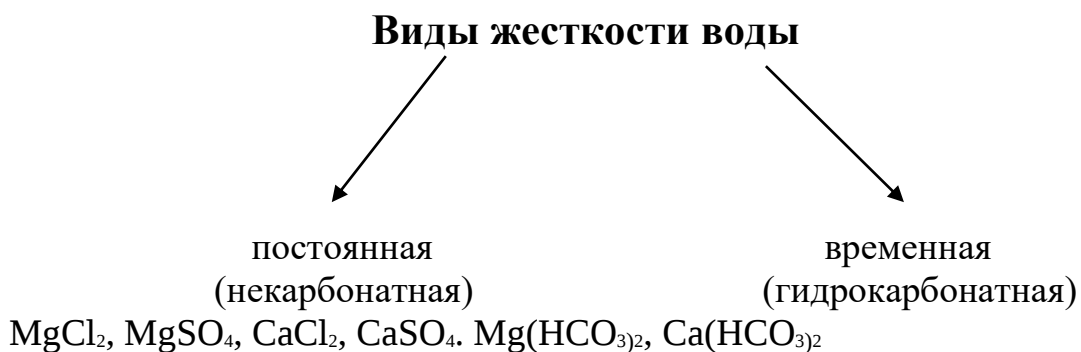
Наиболее ценным свойством комплексона является его способность давать внутрикомплексные соли даже с ионами щелочноземельных металлов: магнием, кальцием и барием, которые почти невозможно перевести в комплексные соединения другими средствами.

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: $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_4\text{OH}$ (рН 8-10). Значение рН раствора не должно быть выше 10, т.к. в этом случае выпадает осадок гидроксида металла. Оптимальная величина рН = 9.0.

Наиболее часто используют индикатор ЭРИОХРОМ ЧЕРНЫЙ Т (хромоген черный специальный Е1-00). В этом интервале рН 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.



Общую жесткость воды (Ca^{2+} и Mg^{2+} на 1 литр) вычислите по формуле:
$$\text{Жо} = \frac{C_{\text{ЭКВ}} \cdot V_1 \cdot 1000}{V_2}$$

где $C_{\text{экв}}$ – молярная концентрация эквивалента раствора комплексона III, V_1 – объем рабочего раствора комплексона III (мл), затраченный на титрование, V_2 – объем воды (мл), взятый для определения.

Вопросы для самоподготовки

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?

Задания для самостоятельной работы студентов

Ситуационные задачи:

Задача 1. Лаборант, приготовив раствор KMnO_4 , в этот же день провел его стандартизацию.

Задание:

1. Какую ошибку допустил лаборант?
2. Напишите уравнение химической реакции

Задача 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 .

Задание:

1. Дайте химическое обоснование.

Задача 3. Какие из перечисленных индикаторов применяются в методе нейтрализации: K_2CrO_4 , фенолфталеин, метиловый оранжевый, метиловый фиолетовый, тропеолин, крахмал?

Задача 4. Проводя количественный анализ H_2O_2 , лаборант подкислил раствор HCl . Правильно ли он поступил?

Задача 5. Перечислите титранты, применяемые в методах:

- комплексонометрии,
- перманганатометрии,
- нейтрализации.

Задача 6. С какими из перечисленных соединений трилон Б будет образовывать комплексы: MgSO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, CaCl_2 .

Задача 7. 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 5 мл пошло при первом, втором и третьем титровании соответственно 4,8 мл, 4,9 мл, 4,8 мл щавелевой кислоты с титром 0,00126 г/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 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Раздел самоконтроля

Выберите один правильный вариант ответа

1. РАБОЧИЙ РАСТВОР КОМПЛЕКСОМЕТРИИ

1. трилон Б
2. гидроксид натрия
3. эриохром черный
4. серная кислота
5. дихромат калия

2. ИНДИКАТОР В КОМПЛЕКСОМЕТРИИ

1. эриохром черный
2. фенолфталеин
3. крахмал
4. метилоранж

3. ОКРАСКА ЭРИОХРОМА С КАТИОНАМИ МЕТАЛЛОВ

1. винно-красная
2. синяя
3. зеленая
4. сине-зеленая

4. ОПТИМАЛЬНОЕ ЗНАЧЕНИЕ PH ДЛЯ КОМПЛЕКСОМЕТРИИ

1. 10-12
2. 8-10
3. 4-6
4. 6-8

5. БУФЕРНАЯ СМЕСЬ, ИСПОЛЬЗУЕМАЯ В КОМПЛЕКСОМЕТРИИ

1. аммиачная
2. уксусная
3. карбонатная

Эталоны ответов

№ вопроса	1	2	3	4	5
Вариант ответа	1	1	1	2	1

Тема: 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 клиничко-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

Краткое содержание темы

Устройство и принцип работы прибора ФЭК

В клинической и биохимической практике наиболее широко представлены фотоэлектроколориметры 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. Заключенный 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.

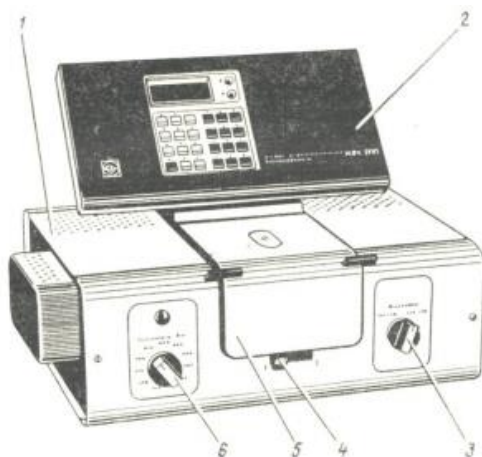
Порядок работы на КФК – 2МП

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. Закрыть 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. Закрыть 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.



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

Спектрометрия Ультрафиолетовая спектроскопия (УФ) (400-200 нм) находит применение для анализа продуктов нефтехимии. В других областях она используется редко из-за перекрывания полос поглощения и малой специфичности. Неограниченные возможности не только для качественного анализа, но и для определения строения молекул вновь синтезированных веществ, имеет спектроскопия в ИК области. В основе метода – неповторимость ИК спектра соединения. Спектры каждого соединения имеют так называемые характеристические полосы поглощения при определенных длинах или частотах, которые отвечают конкретным атомным связям или функциональным группировкам. Так, характеристическая полоса поглощения ОН –группы проявляется при различных частотах в соединениях: 23 – карбоновые кислоты (мономеры) – 1380 1280 см⁻¹; – карбоновые кислоты (димеры) – 3100 2500 см⁻¹; – первичные спирты 3400 3200 см⁻¹. То есть по частоте характеристической полосы можно судить не только о наличии определенной функциональной группы, но и принадлежности вещества к тому или иному классу соединений. Как правило, отсутствие в ИК спектре данной полосы, указывает на то, что соответствующей группы в исследуемом веществе нет. Но нет правил без исключения. Например, колебания — С $\equiv$ С — связи в молекулах с высокой симметрией (например, если связь находится в центре молекулы) не проявляются. Иногда искомая полоса перекрывается за счет примесных соединений, или происходит совпадение частот характеристических полос различных функциональных групп. В этом случае следует прибегнуть к другим методам анализа. В настоящее время опубликованы атласы и таблица ИК спектров свыше 20 тыс. соединений, что облегчает проведение анализа. Из аппаратуры отечественного производства наиболее распространены неавтоматические однолучевые спектрофотометры типа СФ-16 и СФ-26, а также автоматические регистрирующие спектрофотометры СФ-10 и СФ-40. Для анализа органических соединений методом ИК-спектроскопии достаточно широко используются зарубежные спектрофотометры (например «Specord» производства Карл Цейс). Для расшифровки структуры молекул органических соединений разработаны автоматизированные системы, основанные на использовании микросхем, в память которых заложены спектры поглощения большого числа соединений.

Вопросы для самоподготовки

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

Задания для самостоятельной работы студентов

Конспектирование:

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

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

Раздел самоконтроля

Выберите один правильный вариант ответа

1. ФОРМУЛА, ОПРЕДЕЛЯЮЩАЯ ПРИНЦИП РАБОТЫ ФЭК

1. $C_3 = \frac{m}{M_3 * V}$

2. $W = \frac{m_e}{m_p} * 100\%$

3. $T = \frac{C_3 * M_3}{1000}$

4. $\frac{C_1}{C_2} = \frac{V_2}{V_1}$

2. ПРИБОР, ИСПОЛЬЗУЕМЫЙ В ИОНОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ

1. pH-метр

2. ФЭК

3. КФК

4. центрифуга

3. МЕТОД, ОСНОВАННЫЙ НА ИЗМЕРЕНИИ ПОГЛОЩЕНИЯ СВЕТА ОКРАШЕННЫМИ РАСТВОРАМИ

1. фотометрия

2. титрование

3. гравиметрия

4. ионометрия

5. хроматография

4. ВИЗУАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ВЕЩЕСТВА ПО СТЕПЕНИ МУТНОСТИ РАСТВОРА

1. нефелометрия

2. фотометрия

3. колориметрия

4. ионометрия

5. СРЕДУ РАСТВОРА ТОЧНО ОПРЕДЕЛЯЮТ

1. раствором лакмуса

2. индикаторной универсальной бумагой

3. ионометром

4. раствором фенолфталеина

Выберите несколько вариантов ответов

6. МЕТОДЫ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

1. фотометрия

2. хроматография

3. адсорбция

4. фильтрование

5. титрование

7. ФАКТОРЫ, ОТ КОТОРЫХ ЗАВИСИТ ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ РАСТВОРА

1. толщина слоя раствора
2. температура раствора
3. окраска раствора
4. концентрация вещества

Эталоны ответов

№ вопроса	1	2	3	4	5	6	7
Вариант ответа	4	1	1	1	3	1,2	1,4

Тема: 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;

Краткое содержание темы

Построение калибровочной кривой

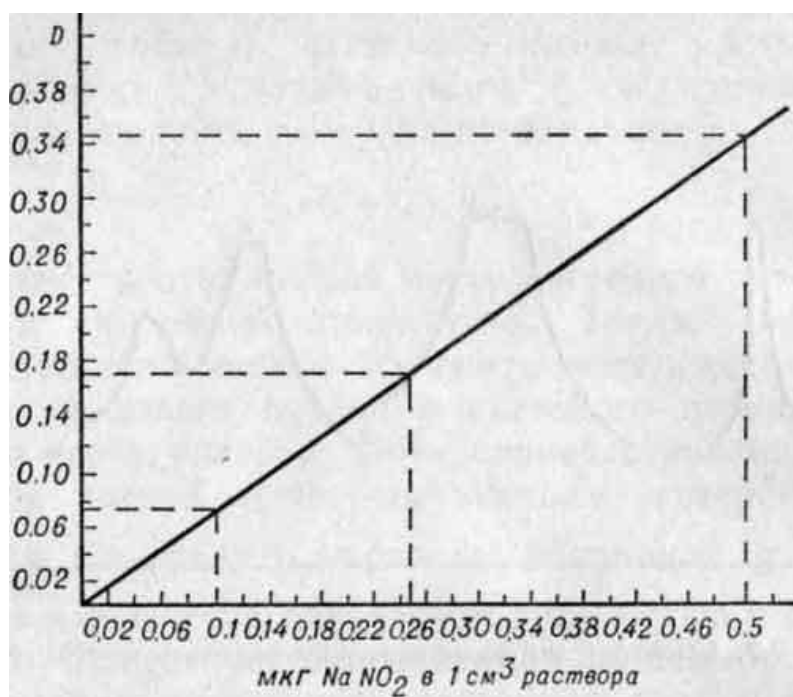
Для построения калибровочного графика измеряют поглощение серии окрашенных растворов известной, но различной концентрации, оптические плотности которых охватывают требуемый интервал. С этой целью применяют стандартные растворы определяемого вещества. Стандартные растворы должны готовиться с особой тщательностью из навески, полученной с особой тщательностью из навески, полученной на весах для точного взвешивания (аналитических). 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.

Калибровочный график строят по 5 — 6 сериям шкал; количество концентраций в каждой шкале должно быть не менее 5. Резко отличающиеся значения оптической плотности не учитывают. Из остальных рассчитывают среднее арифметическое значение для каждой концентрации и строят график зависимости оптической плотности от концентрации вещества.

Примерный размер графика 20 — 25х30 см, прямая должна проходить через начало координат под углом приблизительно 45°. В идеальном случае все точки располагаются на прямой, обычно часть точек располагается на прямой, часть выше и ниже ее, точки как бы чередуются.

График определения нитритов

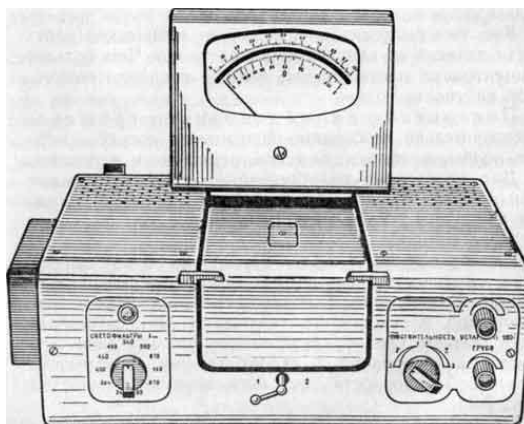


КФК-2 (одноканальный)

На графике должны быть указаны условия фотометрирования: номер светофильтра или длина волны (нм), размер кюветы (мм), время фотометрирования.

Кроме того, должна быть указана дата построения калибровочного графика. Калибровочный график необходимо периодически проверять по 2 — 3 концентрациям.

Наиболее распространенными приборами являются фотоэлектроколориметр ФЭК-56М, колориметр фотоэлектрический однолучевой КФО, колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2, КФК-2МП с микропроцессорной системой «Электроника» и спектрофотометр СФ-46.



Технические данные фотометрических приборов

Марка прибора	Спектральный диапазон, нм	Число светофильтров
ФЭК-56М	315 — 630	8
КФО	400 — 700	5
КФК-2 (КФК-2МП)	315 — 980	11
СФ-46	190 — 1100	—

Надежность результатов измерений при работе на фотоэлектроколориметрах и спектрофотометрах обеспечивается правильной установкой и эксплуатацией приборов. Поэтому приступать к измерениям можно только после тщательного ознакомления с описанием устройства прибора и правил его эксплуатации.

Вопросы для самоподготовки

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?

Задания для самостоятельной работы студентов

Задача 1. Для построения калибровочного графика гидрохинона были взяты его стандартные растворы с концентрациями 0.1, 0.2, 0.5, 1 и 2 мг/л. Хроматографический анализ данных проб показал, что площади пиков стандартных растворов будут равны соответственно 15, 31, 74, 146 и 287 мм². Далее была взята проба неизвестной концентрации, площадь пика которой составила 43 мм².

Задание:

1. Установить концентрацию гидрохинона в неизвестной пробе.

Задача2. Калибровочный график фенола был построен по стандартным растворам с концентрациями 0.05, 0.1, 0.2, 0.3 и 0.5 мг/л. Хроматографический анализ показал, что площади пиков стандартных растворов будут равны соответственно 35, 72, 143, 212 и 358 мм². Из отходов лакокрасочных производств была отобрана проба массой 1 г., и растворена в 1 л. воды. После растворения полученный раствор подвергся хроматографическому анализу, который показал наличие пика фенола площадью 182 мм².

Задание:

Определить содержание фенола в отходах.

Задача3. Для контроля содержания канцерогена бензапирен в воде 100 л речной воды пропустили через картридж для микроконцентрирования со степенью извлечения 97%. Далее, бензапирен был десорбирован 10 мкл гексана. Из полученного раствора отбиралась проба объемом 1 мкл и вводилась в хроматограф. Был обнаружен пик бензапирена с площадью 190 мм². Калибровочный график бензапирена строился из стандартных растворов с концентрациями 0.01, 0.02, 0.05, 0.1 и 0.2 мг/л, с объемом вводимой пробы 1 мкл. Площади их пиков будут равны соответственно 46, 93, 234, 470 и 931 мм².

Задание:

Определить содержание бензапирена в речной воде.

Раздел самоконтроля

Выберите один правильный вариант ответа

1. ФОРМУЛА, ОПРЕДЕЛЯЮЩАЯ ПРИНЦИП РАБОТЫ ФЭК

1. $C_s = \frac{m}{M_s * V}$

2. $W = \frac{m_e}{m_p} * 100\%$

3. $T = \frac{C_s * M_s}{1000}$

4. $\frac{C_1}{C_2} = \frac{V_2}{V_1}$

2. ПРИБОР, ИСПОЛЬЗУЕМЫЙ В ИОНОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ

1. pH-метр

2. ФЭК

3. КФК

4. центрифуга

3. МЕТОД, ОСНОВАННЫЙ НА ИЗМЕРЕНИИ ПОГЛОЩЕНИЯ СВЕТА ОКРАШЕННЫМИ РАСТВОРАМИ

1. фотометрия

2. титрование

3. гравиметрия

4. ионометрия

5. хроматография
 4. ВИЗУАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ВЕЩЕСТВА ПО СТЕПЕНИ МУТНОСТИ РАСТВОРА
 1. нефелометрия
 2. фотометрия
 3. колориметрия
 4. ионометрия
 5. СРЕДУ РАСТВОРА ТОЧНО ОПРЕДЕЛЯЮТ
 1. раствором лакмуса
 2. индикаторной универсальной бумагой
 3. ионометром
 4. раствором фенолфталеина
- Выберите несколько вариантов ответов**
6. МЕТОДЫ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
 1. фотометрия
 2. хроматография
 3. адсорбция
 4. фильтрование
 5. титрование
 7. ФАКТОРЫ, ОТ КОТОРЫХ ЗАВИСИТ ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ РАСТВОРА
 1. толщина слоя раствора
 2. температура раствора
 3. окраска раствора
 4. концентрация вещества

Эталоны ответов

№ вопроса	1	2	3	4	5	6	7
Вариант ответа	4	1	1	1	3	1,2	1,4

Тема УСТРОЙСТВО pH- МЕТРА

Значение темы:

Ионометрический метод анализа широко используется в настоящее время. Он основан на измерении электродвижущей силы раствора, которая зависит от концентрации ионов электролитов в растворе. Таким образом, задачей ионометрии является количественное определение различных ионов в растворах (Na, Li, Ca², H¹)

На основе теоретических знаний и практических умений обучающийся должен

знать:

- сущность метода pH - метрия;
- применение pH - метрии в лабораторном анализе;

- устройство рН-метра;

уметь:

- готовить рН-метр к работе;

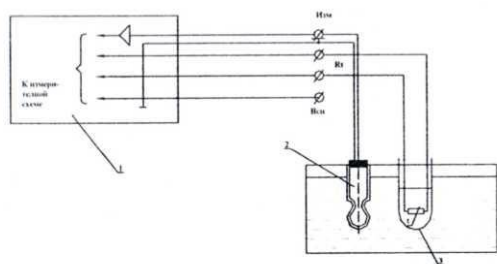
- проводить настройку рН-метра по буферным растворам;

- проводить измерения на рН-метре;

Краткое содержание темы

1. Принцип работы прибора

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



1 - преобразователь рН-150М;

2 - комбинированный электрод ЭСКЛ-08М.1;

3 - автоматический термокомпенсатор.

Рисунок 2. Схема подключения электродной системы при измерении рН 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 КСl 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 рН-метра. При измерении окислительно-восстановительного потенциала в качестве измерительного электрода используется редоксметрический электрод, в качестве вспомогательного - пропитанную индикатором.

Такой метод измерения рН раствора очень приблизительный, поэтому с его помощью невозможно точно определить кислотность. Для выяснения уровня рН с максимальной точностью используют рН-метры. Это приборы, принцип работы которых основан на измерении электродвижущей силы в анализируемой жидкости. Изменение потенциалов зависит от количества свободных ионов водорода, то есть от кислотности раствора. Конструкция рН-метра достаточно простая, он состоит из:

- измерительного (основного) электрода;
- сравнительного электрода;
- потенциометра;
- преобразователя;
- дисплея.

«Сердцем» данного лабораторного оборудования выступает основной электрод, именно он является селективным по отношению к ионам водорода. Но для работы аппарата одного электрода недостаточно, необходима точка отсчета, которой является сравнительный электрод. Он создан для того, чтобы распознать другие, присутствующие в жидкости примеси, которые могут исказить результат кислотности, измеренный основным электродом.

2. Конструкция прибора

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

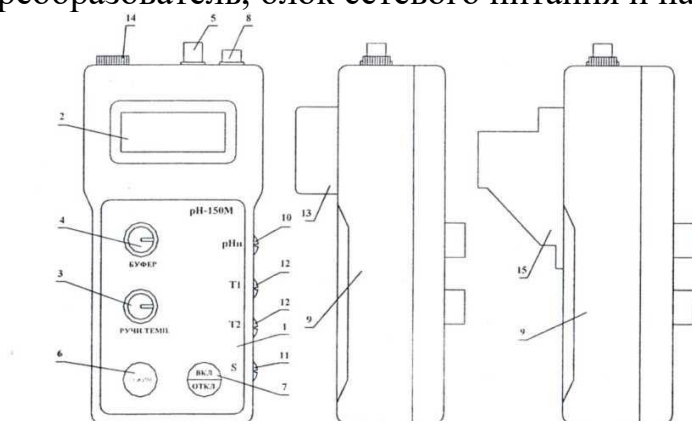


Рисунок 3. Преобразователь pH-150M

- 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 pH
- 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 pH-метра предусмотрен разборный штатив с держателем электродов.

3. 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 рН стандартных буферных растворов приведены в приложении.

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

2. Настройка рН-метров по буферным растворам

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

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

Рекомендуется следующий порядок настройки рН-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°C 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°C 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 .



Вопросы для самоподготовки

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

Задания для самостоятельной работы студентов

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

Тема: 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 развеса

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.

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

Название процедуры	Исследуемый материал	Число серий	Число измерений в серии для каждого материала	Рассчитываемые показатели
Стадия 1				
Оценка внутрисерийной вариации методики	контрольный материал или	1	10	CV _{BC}

	проба пациента			
Стадия 2				
Предварительная оценка систематической погрешности методики	аттестованные контрольные материалы	10	1	B_{10}
Предварительная оценка воспроизводимости воспроизводимости методики	контрольные материалы для текущего ежесерийного контроля	10	1	CV_{10}
Окончательная оценка систематической систематической погрешности методики	аттестованные контрольные материалы	20	1	B_{20}
Окончательная оценка воспроизводимости воспроизводимости методики	контрольные материалы для текущего ежесерийного контроля	20	1	CV_{20}
Построение контрольной карты	контрольные материалы для текущего ежесерийного контроля	20	1	$\bar{X}, S$

Последовательность процедур при введении внутрилабораторного контроля качества (стадии 1 и 2)

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:

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

Вопросы для самоподготовки

- 1) Укажите классификацию ошибок в количественном анализе.
- 2) Каковы причины, вызывающие систематические погрешности?
- 3) Как проводить калибровку мерной посуды?

№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		

Задание для самостоятельного решения

1. Оцените внутрисерийную воспроизводимость методики определения общего билирубина при проведении внутрилабораторного контроля.
Рассчитайте $\bar{X}$, S , CV . Предельно допустимое значение коэффициента для данного показателя: CV_{100} общего билирубина = 18%.

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	

Тема: КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Значение темы:

Выполняя клинические лабораторные исследования, любой специалист стремиться 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;

Вопросы для самопроверки

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?

Краткое содержание темы

Построение контрольной карты

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

$\bar{X} \pm 1 S$ - контрольный предел «1 среднее квадратическое отклонение»;

$\bar{X} \pm 2 S$ - контрольный предел «2 средних квадратических отклонений»;

$\bar{X} \pm 3 S$ - контрольный предел «3 средних квадратических отклонений». **Оценку полученных результатов проводят с использованием контрольных правил (признаков) Westgard:**

- если ни один контрольный результат не превышает пределы $\bar{X} \pm 2 S$, 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 $X \pm 2S$ 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 $X \pm 3S$	случайная
2 2s	два последовательных результата в серии вышли за пределы $X + 2S$ или $X - 2S$	систематическая
4 1s	Четыре последовательных результата в серии вышли за пределы $X + 1S$ или $X - 1S$	систематическая
10x	Десять последовательных измерений лежат по одну сторону от $\bar{X}_{sp}$ *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.

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.

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.

ПЕРЕЧЕНЬ КОНСПЕКТОВ, РЕФЕРАТОВ, ПРЕЗЕНТАЦИЙ

- 1.Создание материалов – презентаций «Катионы микро- и макроэлементов, их положение в Периодической системе Д.И.Менделеева и действие на организм человека».
- 2.Составление конспекта: Методы визуальной колориметрии
- 3.Составление конспекта: Пламенная фотометрия, особенности метода
- 4.Составление конспекта: Флуориметрия, применение в лабораторной диагностике
- 5.Составление конспекта: Современные фотометрические анализаторы, применение в лабораторной диагностике

При написании и оформлении рефератов, подготовки презентаций воспользуйтесь следующими пособиями:

1. Реферат, курсовая, диплом? Пиши правильно! [Электронный ресурс] : метод. пособие для студентов по написанию и оформлению рефератов, курсовых, дипломных работ / сост. Е. Н. Казакова, Е. П. Клобертанц ; Красноярский медицинский университет, Фармацевтический колледж. - Красноярск : КрасГМУ, 2014. - 46 с. - (В помощь студенту).
2. Выступай эффектно и эффективно! [Электронный ресурс] : метод. рекомендации для преподавателей и студентов / сост. Т. В. Потупчик, Е. П. Клобертанц, И. П. Клобертанц ; Красноярский медицинский университет, Фармацевтический колледж. - Красноярск : КрасГМУ, 2014. - 27 с. - (В помощь студенту).

ГЛОССАРИЙ

Активность (а)- действующая концентрация, проявляющаяся при химических реакциях.

Аналитическая химия- наука о методах определения химического состава веществ или их смесей.

Буферный раствор –раствор, на рН которого мало влияет добавление небольшого количества кислоты или основания.

Буферная ёмкость- количество грамм-эквивалентов сильной кислоты или сильного основания, которое можно добавить к 1 л буферного раствора, чтобы изменить его рН на единицу.

Водородный показатель рН – отрицательный десятичный логарифм концентрации ионов водорода: $\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$.

Восстановитель –вещество, которое окисляется в химической реакции, вызывая восстановление какого-либо другого вещества.

Гидролиз – процесс, при котором катион или анион реагирует с водой, что приводит к изменению рН.

Групповые реакции- реакции, при помощи которых из анализируемой смеси может быть выделена группа ионов.

Гетерогенная система- система, состоящая из насыщенного раствора и осадка.

Закон действия масс: скорость химической реакции прямо пропорциональна произведению молярных концентраций реагирующих веществ.

Индикаторы – вещества, которые в точке эквивалентности изменяют свою окраску.

Ионное произведение воды – произведение концентраций ионов водорода и гидроксид-ионов $[\text{H}^+]\cdot[\text{OH}^-]=1,0\cdot 10^{-14}$.

Йодометрия- метод объемного анализа, при котором о количестве определяемого вещества судят по количеству выделяемого или поглощаемого иода.

Кислоты- это электролиты, которые в водных растворах диссоциируют на катионы водорода и анионы кислотных остатков.

Комплексон III (Трилон Б) - кислая динатриевая соль этилендиаминотетрауксусной кислоты.

Константа скорости –коэффициент пропорциональности между скоростью реакции и концентрациями реагентов в уравнении реакции.

Константа химического равновесия - величина, равная отношению произведения концентраций образующихся веществ к произведению концентраций вступающих в реакцию веществ.

Константа электролитической диссоциации - отношение произведения равновесных концентраций ионов электролита к равновесной концентрации недиссоциированных его молекул.

Концентрация раствора - количество вещества, содержащееся в определенном весовом или объемном количестве раствора.

Качественный анализ - раздел аналитической химии, изучающий методы определения качественного состава исследуемого вещества.

Количественный анализ - раздел аналитической химии, изучающий методы определения количественного состава исследуемого вещества.

Колориметрический метод анализа - физико-химический метод определения концентрации вещества по интенсивности окраски растворов.

Коэффициент активности (f) - отношения между активностью и истинной концентрацией раствора.

Моль – количество вещества, содержащее столько структурных единиц (молекул, атомов, ионов и др.), сколько атомов содержится в 12 г изотопа углерода ^{12}C .

Молярная масса вещества – масса одного моля вещества. Численно она равно относительной молекулярной массе данного вещества.

Например, $M_r(\text{HNO}_3) = 63, M(\text{HNO}_3) = 63 \text{ г/моль}$.

Минимальная концентрация - показывает, при каком разбавлении раствора реакция еще дает положительный результат.

Общие аналитические реакции - характерны для нескольких ионов.

Основания (основные гидроксиды) – электролиты, которые диссоциируют в водных растворах или расплавах с образование одного типа анионов – OH (гидроксид-ионов).

Открываемый минимум (γ) - минимальное количество вещества или иона, которое может быть открыто с помощью данной реакции.

Окислитель – вещество, которое восстанавливается в химической реакции, вызывая окисление какого-либо другого вещества.

Окислительно-восстановительные реакции – реакции, в которых атомы элементов, входящих в состав исходных веществ и продуктов, меняют степени окисления.

Перманганатометрия - метод оксидиметрии, при котором рабочим раствором служит раствор перманганата калия.

Принцип Ле-Шателье - изменение одного из условий, при которых система находится в состоянии химического равновесия (концентрации, температуры и давления), вызывает сдвиг равновесия в том направлении, при котором эффект произведенного воздействия уменьшается.

Произведение растворимости (ПР) - произведение концентраций ионов трудно растворимого электролита, содержащихся в его насыщенном растворе.

Рабочие растворы - титрованные растворы, которые служат для определения состава анализируемого вещества.

Растворы - это однородная гомогенная система, состоящая из растворителя, растворенного вещества и продуктов их взаимодействия.

Растворимость (коэффициент растворимости)- это максимальное количество граммов вещества, которое может раствориться в 100 г воды при данной температуре.

Скорость реакции – величина, которая определяется по уменьшению концентрации какого-либо реагента или увеличению концентрации какого-либо продукта реакции со временем. Ее можно выразить как среднюю скорость за некоторый промежуток времени или как мгновенную скорость в определенный момент времени.

Солевой эффект- увеличение растворимости малорастворимого электролита (соли) в присутствии другого хорошо растворимого электролита (соли).

Степень электролитической диссоциации (α) – отношение числа диссоциированных молекул электролита к общему числу растворенных молекул.

Степень гидролиза (h)- отношение числа гидролизированных молекул соли к общему числу молекул соли в растворе.

Соли- это электролиты, которые диссоциируют в водных растворах на катионы металлов и анионы кислотных остатков.

Стандартный электродный потенциал E_0 – восстановительный потенциал полуреакции, в которой все растворенные частицы имеют концентрацию 1 моль/л, в все газообразные вещества обладают парциальным давлением 1 атм.; этот потенциал измеряется относительно электрода, для которого E_0 принимается равным 0 В.

Степень окисления – условный заряд, который приписывают атому вследствие смещения (перехода) электронов при образовании химической связи.

Способ обратного титрования - основан на применении двух рабочих растворов.

Способ титрования заместителя - титрование рабочим раствором продуктов реакции определяемого иона с каким-либо реактивом.

Титрование – процесс постепенного прибавления титрованного рабочего раствора к определяемому веществу.

Титрованный (стандартный рабочий) раствор- раствор, концентрация которого известна и с помощью которого определяют количество другого вещества.

Точка эквивалентности - момент титрования, при котором количество прибавленного реактива эквивалентно количеству прибавляемого вещества.

Точка конца титрования- момент титрования, при котором индикатору резко изменяют окраску.

Уравнение скорости – уравнение, выражающее скорость реакции через математическую функцию концентраций реагентов (а иногда и продуктов).

Фикснал (стандарт-титр) - стеклянная ампула с точно взвешенным количеством вещества в сухом виде или в растворе, необходимом для приготовления 1 л 0,1 н. или 0,01 н. раствора.

Частные аналитические реакции - характерные только для одного иона.

Химическое равновесие – состояние системы, в котором скорость образования продуктов становится равной скорости образования реагентов из продуктов.

Хроматография - физико-химический метод разделения смесей веществ на их компоненты, основанный на избирательной адсорбции различных веществ материалами – адсорбентами.

Эквивалент элемента – такое количество элемента, которое присоединяет или замещает 1 моль атомов водорода.

Эквивалент вещества – такое количество вещества, которое в данной реакции взаимодействует с одним эквивалентом водорода или одним эквивалентом другого вещества.

Электролиты- вещества, растворы которых проводят электрический ток.

Учебно-методическое и информационное обеспечение учебной дисциплины

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	Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ : 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, издательс тво, год	В библиоте ке	На каф едр е
1	2	3	4	5	6
1	Основы техники лабораторных работ [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	Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ [Электронный ресурс] : сб. метод. указаний для обучающихся к практ. занятиям по специальности 31.02.03 -	сост. Е. Н. Казакова, Л. В. Ростовцева	Красноярск : КрасГМУ, 2015.	ЭБС КрасГМУ	

Лабораторная диагностика (очная форма обучения). Ч. 1. - Режим доступа:
[http://krasgmu.vmede.ru/index.php?page\[common\]=elib&cat=&res_id=52975](http://krasgmu.vmede.ru/index.php?page[common]=elib&cat=&res_id=52975)

- | | | | | |
|---|---------------------------------|--------------|---------|----|
| 3 | Химия : учебник | Л. М. | М. : | 36 |
| | | Пустовалова, | КНОРУС, | |
| | | И. Е. | 2014. | |
| | | Никанорова | | |

Электронные ресурсы:

ЭБС КрасГМУ «Colibris»
ЭБС Консультант студента ВУЗ
ЭБС Консультант студента Колледж
ЭМБ Консультант врача
ЭБС Айбукс
ЭБС Букап
ЭБС Лань
ЭБС Юрайт
СПС КонсультантПлюс
НЭБ eLibrary