

КАЗАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
БИОЛОГО-ПОЧВЕННЫЙ ФАКУЛЬТЕТ

**Руководство к практическим занятиям
по технике лабораторных работ
(теоретическая часть)**
Учебно-методическое пособие
по курсу «Техника лабораторных работ»
для студентов биолого-почвенного факультета

Казань - 2007

Данное издание является первой частью учебно-методического пособия «Руководство к практическим занятиям по технике лабораторных работ» и содержит теоретический материал практикума «Техника лабораторных работ»

Составитель: доцент кафедры биохимии,
кандидат биологических наук Темников Д.А.

ВВЕДЕНИЕ

Целью курса «Техника лабораторных работ» является: ознакомление слушателей с основами лабораторного дела, техникой безопасности, основным оборудованием лабораторий, правилами регистрации, обработки и представления экспериментальной информации, специальной научно-технической терминологией.

Задача курса состоит в приобретении слушателями знаний и навыков работы в физико-химической лаборатории с биологическими объектами. Эти знания и навыки необходимы для дальнейшего обучения в рамках всех биологических практических спецкурсов, для работы в научных коллективах, при подготовке курсовых и дипломного проектов.

Студенты, завершившие изучение данной дисциплины должны:

- знать общие правила безопасности при работе в биохимической лаборатории, правила противопожарной техники, правила организации рабочего места;
- знать правила работы с инфицированным материалом, с различными химическими веществами;
- понимать принцип работы и уметь применять в биологических исследованиях основные приборы и оборудование физико-химической лаборатории: спектрофотометр, фотоэлектроколориметр, pH-метр, различные типы весов, центрифуг и т.д.;
- иметь представление о квалификационных показателях чистоты реактивов, методах очистки химреактивов: перекристаллизации, перегонке, возгонке, обезвоживании, абсолютизации;
- знать принципы электрофоретического и хроматографического разделения биологических макромолекул;
- ориентироваться в специальной лабораторной терминологии;
- уметь рассчитывать и приготавливать приблизительные и точные растворы, буферные смеси;
- знать правила регистрации, обработки и представления экспериментальной информации.

Данное пособие (в 2-х частях) имеет целью описание десяти основных теоретико-практических занятий по курсу «Техника лабораторных работ».

Авторский подход к организации курса предполагает составление сценария каждого занятия в форме занимательного эксперимента, где каждый изучаемый прибор (оборудование, приспособление) используется не как экспонат для рассмотрения, а как инструмент получения нового (для учащихся) научного результата в ходе реализации стратегии эксперимента – лабораторной работы. То есть рассмотрение того или иного прибора не является самоцелью, а выступает

лишь одной из задач, решаемых на занятии. При этом обеспечивается эффективный познавательный процесс в цепочке «проблема → подходы к решению → процесс решения → результат → осмысление и обработка результата». Изучение оборудования и приборов осуществляется в рамках 2-4-ого этапов в обозначенной цепи и отвечает на следующие вопросы: каким образом и почему данный прибор способен помочь решить проблему (принцип действия прибора), каков процесс измерения (механизм функционирования) и, наконец, в какой форме исследователю представляется результат измерения. Такая структура занятия обеспечивает эффективность и мотивацию в рамках базового для биологов-экспериментаторов курса «Техника лабораторных работ».

ТЕМА 1. КРАТКИЙ КУРС ВЫЖИВАНИЯ или «ЭТО НЕОБХОДИМО ЗНАТЬ!»

Задачи, стоящие перед лабораториями, могут быть разными, но принципы организации и работы в них остаются общими для всех лабораторий. Даже небольшая лаборатория должна состоять не менее чем из двух комнат: собственно лаборатории и подсобного помещения, где производится приготовление питательных сред, мытье и сушка посуды, хранение материала, предназначенного для исследования и т.д. Если в лабораториях производят бактериологические или клеточные анализы, то в лабораторном помещении должен быть оборудован специальный бокс для работы со стерильным материалом. Воздух в боксе должен иметь высокую степень чистоты и стерильности. Его стены окрашивают, что позволяет делать влажную уборку и дезинфекцию. Лаборатории культуры клеток следует оборудовать так, чтобы распространение возбудителей инфекций и заражение сотрудников, работающих с инфицированным материалом, были исключены.

Оборудование лаборатории в зависимости от характера и объема работы может быть различным, но обязательно должно удовлетворять санитарно-гигиеническим требованиям. Помещения лаборатории необходимо изолировать от проникновения вредных химических веществ (газ, дым и т. д.), а рабочие места обеспечить хорошим освещением. Освещенность на рабочих местах не должна быть ниже 60 лк. Рабочие столы следует размещать так, чтобы свет падал сбоку, желательно с левой стороны. Если помещение небольшое, а рабочих столов много, то лучше приспособить скрытые лампы дневного света, расположенные перед работающим. Потолки и стены помещений лаборатории должны быть окрашены в белый цвет, а окна и двери – в светлые тона. Стены желательно облицевать кафелем или наполовину окрасить масляной краской, чтобы их легко было мыть. Табуретки и лабораторные столы окрашивают в светлые

тона. Лабораторные столы рекомендуется покрывать белой кафельной плиткой или кислотоупорным пластиком.

Полы покрывают линолеумом, но они могут быть каменными или деревянными крашеными. Отделка помещений лаборатории должна выдерживать частое мытье и дезинфекцию. В каждой лаборатории должны быть хорошая вентиляция и вытяжной шкаф, в котором все работу проводят с газообразными, летучими и ядовитыми веществами. Легко воспламеняющиеся вещества (эфир, бензин, спирт и др.) следует хранить в специально обитых жестью ящиках, желательно под тягой (вытяжным шкафом).

Каждая лаборатория должна иметь водопровод, канализацию и обязательно подводку силового кабеля. Желательно, чтобы был подведен газ и оборудованы установки для водонагревательных приборов и приборов для получения дистиллированной воды. На одном из рабочих столов можно сделать установку для получения деминерализованной воды с подводкой к другим лабораторным столам, что экономично и удобно. Около каждого химического стола необходимо иметь специальные склянки для слива отработанного материала и подносы, тазы для использованной посуды.

Аналитические весы и точные приборы устанавливают на специальных подставках, укрепленных на кронштейнах в капитальной стене во избежание сотрясения (для аналитических весов следует отводить специальные комнаты или боксы, расположенные в северной части помещения, что исключает действие прямых солнечных лучей).

Площадь лабораторных помещений должна обеспечивать санитарную норму на каждого работающего – в среднем 14 м². Длина рабочего стола для каждого лаборанта должна быть не менее 1,5 м при ширине от 60 до 90 см. Недопустимо скопление в лаборатории большого числа работающих.

В лаборатории обязательно должны находиться самые необходимые справочные книги, пособия или учебные руководства, так как нередко возникают вопросы, сомнения, требующие срочной справки или решения по ходу выполняемой работы.

В крупных лабораториях широкого профиля (научно-исследовательские институты), помимо основного помещения, желательно иметь вспомогательные комнаты: моечную, аппаратную, весовую и подсобную.

Помещения лаборатории оснащают средствами оказания первой медицинской помощи (аптечкой, шинами, средствами дезинфекции и др.) и нейтрализации особо опасных химических веществ с постоянно обновляемыми в установленные сроки медикаментами (**см. Приложение 2**).

Оборудование в лаборатории располагают с учетом удобств и безопасности выполнения всех видов работ. Планировка помещения должна обеспечивать освещение рабочих мест естественным светом. Средства отображения информации размещают так, чтобы обеспечить свободное восприятие общей сигнальной информации в интерьере лаборатории.

Материалы и вещества, используемые во время работ, хранят с учетом их физических и химических свойств и требований пожарной безопасности. Совместное хранение веществ, взаимодействие которых может вызвать пожар или взрыв, не допускается.

Легковоспламеняющиеся вещества хранят в специальном помещении и выносятся оттуда только по мере надобности для работы.

Запрещается хранить в лабораторном помещении легковоспламеняющиеся летучие горючие вещества: петролейный эфир, серный эфир, ацетон, метиловый и этиловый спирты, бензол, толуол в количестве, превышающем суточную потребность.

Общее количество горючих веществ в лабораторной комнате с одним вытяжным шкафом не должно превышать 5 л. Эти вещества хранят в специальных железных ящиках, расположенных на полу вдали от входной двери и батареи с удобным подходом к ним. На внутренней стороне дверцы ящика делают четкую надпись с указанием наименований и общей допустимой нормы хранения горючих и легковоспламеняющихся жидкостей для данного помещения.

Запрещено: хранить горючие жидкости в тонкостенных колбах емкостью более 200 мл; держать горючие вещества в вытяжном шкафу, где идет работа с открытыми плитками или приборами, при включении которых может возникнуть искра; хранить легковоспламеняющиеся жидкости по соседству с сильными окислителями: азотной кислотой, бромом, перекисью водорода, перекисью натрия, перекисью магния, ртутным серебром.

Важным условием нормальной работы в любой лаборатории является правильная организация рабочего места. На рабочем месте каждого лаборанта должно быть все необходимое для проводимых в данный момент анализов – приборы, посуда, инструментарий, реактивы. Лаборант обязан бережно относиться к оборудованию, экономно расходовать реактивы, соблюдать правила пользования ими, а также правила техники безопасности при использовании крепких кислот, щелочей и газообразных веществ. На каждой склянке с реагентом должна быть четкая надпись. Хранить склянки с реагентами, как и приборы, следует в определенном месте. После использования приборы и взятые для работы реагенты или растворы и мелкое оборудование необходимо возвращать на их постоянные места. Рабочее место нельзя загромождать лишней посудой и оборудованием.

Чистую стеклянную посуду хранят на застекленных полках или в шкафах, горлышки посуды следует обернуть фильтровальной бумагой или накрыть стеклянными колпачками или стаканчиками. Пипетки лучше хранить в ящиках, имеющих отделения для пипеток разных размеров. Термометры, ареометры и другие мелкие стеклянные приборы должны лежать в футлярах в ящиках лабораторного стола. Следует помнить, что все легковоспламеняющиеся жидкости (эфиры, спирты и др.) должны находиться в лабораторных помещениях в минимальных количествах, не превышающих суточную потребность. Их необходимо хранить вдали от любых источников тепла (зажженные горелки, электроплитки и т. д.) в специальных металлических закрывающихся ящиках, отдельно от других горючих веществ. Нельзя использовать электрические розетки вблизи мест, где находятся баллоны с водородом, ацетиленом, кислородом и в воздухе могут попадать легковоспламеняющиеся газы или пары.

При исследованиях живых клеток следует помнить, что материал стерилен, поэтому при работе с ним нужно быть исключительно внимательным, аккуратным и осторожным. Оснащение клеточной лаборатории несколько отличается от оборудования обычной лаборатории физ-химии. Ее помещение должно быть изолировано от общей площади и иметь специальную комнату-бокс, обеспечивающую стерильность работы и исключающую возможность загрязнения среды. В боксе производят посевы на питательные среды различных материалов, а также все манипуляции с клетками. Для создания асептических условий необходимо перед началом и по окончании работы облучать пустой бокс бактерицидной лампой (ультрафиолетовая) в течение 20-30 мин. Дверь бокса должна закрываться герметически. Поверхности стола, табуретки или вертящегося стула должны иметь легкодезинфицируемое покрытие. На столе следует помещать лишь самые необходимые предметы: горелку газовую или спиртовую, дезинфицирующий раствор (3% раствор карболовой кислоты или этиловый спирт), закрытую банку с ватой, штатив для пробирок и т.п.

Для работы в клеточной лаборатории применяется специальная посуда (пробирки, пипетки, чашки Петри и др.), которую стерилизуют. Новую стеклянную посуду, предназначенную для исследований, ополаскивают водой, затем кипятят 1 ч в 1-2% растворе хлороводородной кислоты во избежание выщелачивания стекла и его растрескивания, а затем промывают в содовом растворе, применяя ерш. Обработанную посуду тщательно промывают в проточной водопроводной воде и ополаскивают дистиллированной водой, а затем высушивают в сушильном шкафу. Последнее время для чистки стеклянных и пластиковых приспособлений применяют также нетоксичные для клеток поверхности активные вещества (например, 7Х). Подготовленную посуду подвергают

стерилизации в автоклаве под давлением 1 атм (что соответствует 120°C) в течение 40 мин или в сушильном шкафу при 180°C в течение 2-3 часов.

Исследователь обязан постоянно строго соблюдать основные правила техники безопасности. В помещении лаборатории категорически запрещается курить и принимать пищу. Каждый сотрудник лаборатории надевает спецодежду (халаты, косынки, нарукавники, полотенца), работать без которой категорически запрещается! В случаях необходимости могут быть использованы индивидуальные средства защиты органов дыхания, глаз, рук (очки из органического стекла, резиновые перчатки и противогаз). При работе с едкими веществами (крепкими кислотами и щелочами) и мытье посуды, содержащей едкие вещества, нужно пользоваться резиновыми перчатками, прорезиненным или полиэтиленовым фартуком и защитными очками.

При работе в биохимических лабораториях надо помнить, что все химические вещества в той или иной степени ядовиты. Совершенно безопасна только чистая вода. Меры предосторожности при работе с химическими веществами должны быть направлены на предотвращение возможности их проникновения в организм человека через легкие, кожу и рот.

Одной из эффективных мер, позволяющих уменьшить возможность острых и хронических отравлений, служит замена ядовитых реагентов и растворителей менее токсичными. Допустимость подобной замены должна определяться, прежде всего, особенностями той или иной конкретной работы. Например, при перекристаллизации некоторых органических веществ вместо бензола можно использовать толуол, так как последний менее летуч и менее токсичен.

Правила работы с кислотами и щелочами

1. Все концентрированные растворы кислот должны храниться в специальных бутылях (склянках) с притертymi пробками, поверх которых необходимо надевать притертый колпачок. Щелочи следует хранить в широкогорлых банках из темного оранжевого стекла, закрытых корковыми пробками и залитыми поверх слоем парафина.

2. Посуда, в которой хранятся ядовитые вещества, а также щелочи и кислоты, должна иметь четкие надписи.

3. Банки и бутыли с летучими веществами должны открываться только в момент непосредственного пользования ими.

4. Открывать сосуды с концентрированными кислотами, щелочами и летучими веществами и приготовлять растворы из них разрешается только в вытяжных шкафах с включенной принудительной вентиляцией.

5. При работе со щелочами следует использовать шпатели.

6. Бутыли с кислотами и другими едкими веществами следует переносить вдвоем в специальных корзинах или ящиках или подвозить их на специальных тележках.

7. При приготовлении растворов из кислот кислоту следует прибавлять в воду, а не наоборот, во избежание разбрызгивания раствора; для переливания из бутылей кислот, растворов щелочей и ядовитых жидкостей всегда следует пользоваться специальными сифонами.

8. При работе с кислотами и растворами щелочей или другими агрессивными жидкостями категорически запрещается насасывать эти жидкости ртом: для этого следует использовать пипетки и резиновые груши.

9. Определять вещества по запаху не рекомендуется. При необходимости это следует делать крайне осторожно, держа склянку с веществом на расстоянии и движением руки направлять к себе пары вещества.

10. Пролитую кислоту необходимо сразу засыпать сухим песком, затем снять его лопаточкой и засыпать карбонатом натрия на несколько минут (для нейтрализации остатков кислоты). После того как сода будет убрана, участок, на который была пролита кислота, следует промыть большим количеством воды. Если была пролита щелочь, то ее необходимо сначала засыпать опилками, а затем, после их удаления, этот участок заливают обильным количеством разбавленной уксусной или хлороводородной кислоты, после чего хорошо промывают водой. Уборку таких аварийных участков следует проводить обязательно в резиновых перчатках, которые после окончания работы тщательно промывают в проточной воде. Растворы, предназначенные для нейтрализации кислот и щелочей, должны находиться всегда вблизи рабочих мест.

11. При работе с кислотами и щелочами особенно следует заботиться о безопасности глаз. Если нечаянно в глаз попали капли кислоты или любой другой агрессивной жидкости, необходимо тотчас, немедленно, промыть глаза струей воды.

12. Если химически активное вещество попадает на незащищенный участок кожи, то ее необходимо также сначала обмыть сильной струей воды из крана и подержать под струей в течение 10-15 мин. Если на кожу попала кислота, то после смыва водой пораженный участок следует промыть дополнительно 3% раствором гидрокарбоната натрия (одна полная чайная ложка гидрокарбоната натрия на стакан воды). При ожоге щелочью пораженный участок кожи после смыва проточной водой смачивают 2% раствором борной или уксусной кислоты. При обширных ожогах пострадавшего немедленно направляют к врачу. Во всех случаях, когда на месте ожога появляется краснота, необходимо обратиться к врачу.

13. Следует помнить, что тяжелые ожоги, сопровождающиеся сильным жжением и болями, возникают при попадании на тело азотной, серной, хлороводородной кислот, брома и оксидов азота.

14. Особенno опасны пары азотной кислоты и оксиды азота при попадании их в дыхательные пути. При этом наблюдается сильная сухость слизистых оболочек дыхательных путей, приступы удушья, которые сопровождаются нарастанием кашля; ухудшением общего самочувствия и слабостью. В этих случаях даже при умеренном отравлении необходимо создать пострадавшему полный покой, вдыхание кислорода и оказать немедленную врачебную помощь. Сильное раздражение дыхательных путей, слезотечение, насморк, кашель, повышенное слюноотделение, потеря голоса могут возникнуть при вдыхании паров аммиака (из баллона). Пострадавшего необходимо вывести на свежий воздух, оказать врачебную помощь, а при потере сознания сделать искусственное дыхание.

15. Чрезвычайно опасно для организма вдыхание паров брома, при отравлении которыми наблюдаются сильный кашель, носовое кровотечение, головокружение, головная боль, а в некоторых случаях охрипость голоса и удушье. В этих случаях пострадавшему дают вдыхать 3-5% раствор аммиака. Глаза, рот и нос промывают раствором гидрокарбоната натрия, создают покой, дают вдыхать кислород и немедленно отправляют к врачу.

16. При пользовании реактивами, особенно при закупоривании посуды с ними пробками, следует учитывать свойства этих реактивов. Например, резиновые пробки сильно набухают под действием спирта, бензола, ацетона и эфира, а от паров йода и брома они становятся хрупкими, теряют эластичность. Для этих жидкостей лучше пользоваться стеклянными притертymi пробками. Щелочи нельзя закупоривать стеклянными притертymi пробками, так как внутренняя поверхность горльшка сосуда, смачиваясь щелочью, под влиянием углекислого газа воздуха образует карбонаты, которые заклинивают пробку достаточно плотно, и открыть при этом сосуд бывает очень сложно. В этих случаях лучше пользоваться парафинированными пробками.

Чтобы предотвратить опасность отравления ядовитыми и газообразными веществами, необходимо строго соблюдать правила техники безопасности при работе с ними. Категорически запрещается проводить опыты, связанные с выделением летучих веществ на рабочих столах. Выпаривание и кипячение растворов, содержащих аммиак, бром, оксиды азота, использование растворителей (диэтиловый и петролейный эфиры, хлороформ, ледяная уксусная кислота и т. п.) разрешаются только под тягой в вытяжных шкафах.

Все работы, связанные даже с небольшим испарением в атмосферу лаборатории сильнопахнущих ядовитых веществ: бензола, нитробензола,

толуола, хлороформа, диэтилового эфира, спирта, эфиров органических кислот, сероуглерода, необходимо проводить только в вытяжных шкафах.

Если случайно разбьется емкость с легковоспламеняющимся веществом, немедленно выключают все нагреватели с открытой спиралью, включают вытяжную вентиляцию, засыпают песком разлитую жидкость, а затем собирают песок и осколки веником и деревянной лопатой или фанерой. Строго запрещено использовать для этого металлический совок, если пол каменный, плиточный или цементный, в противном случае может возникнуть искра и произойти взрыв.

В помещении, где идет работа с эфиром, категорически запрещено применять переносные электрические лампы.

При работе с ядами (сулема, метанол, бром, ацетат ртути и др.) следует соблюдать меры личной предосторожности и для отмеривания реактива пользоваться специальными пипетками или стеклянными пипетками с резиновой грушей. Образующиеся при работе отходы (органические растворители, кислые воды, щелочи, кислоты и т. д.) сначала сливают в предназначенные для этих целей склянки с соответствующими этикетками (для слива!), а затем разводят водой и сливают в специальные стоки для отходов химических реактивов. Заведомо известные сильнодействующие яды (бром; метанол, сулема и др.) сначала должны быть нейтрализованы соответствующими химическими веществами и только после этого слиты в склянки для слива. Эти отходы также подлежат уничтожению. Сливать неразбавленные кислоты и щелочи в канализационные водопроводные трубы категорически запрещается!

Наибольшую опасность отравления в лабораторной практике представляет вдыхание токсичных веществ (ингаляционные отравления). Особую опасность представляет вдыхание почти неощущимых по запаху концентраций этих веществ в течение длительного срока, что в итоге может привести к хроническим отравлениям. Тяжелые последствия хронических отравлений усугубляются еще и тем, что их симптомы вначале бывают неспецифическими и не связываются с истинной причиной до тех пор, пока продолжающееся проникновение ядов в организм и накопление их не приводят к хроническим отравлениям. Нередко хронические отравления не проявляются в виде выраженных профессиональных болезней, но могут способствовать развитию общих, непрофессиональных заболеваний и усугублять их течение.

Основным и единственным способом борьбы с ингаляционными отравлениями является предотвращение возможности попадания газов, паров и аэрозолей в воздух лабораторных помещений. В связи с этим любые работы с жидкими, а также летучими или пылящими твердыми веществами разрешается проводить только в вытяжных шкафах при включенной вентиляции. Под тягой следует размещать и сушильные шкафы, в которых сушатся химические вещества. Большую опасность

представляют вредные вещества, обладающие слабым запахом. В этих случаях, работающий может не чувствовать, что подвергается опасности отравления, и не предпринимает мер своевременной предосторожности.

Особую опасность представляют пары ртути, не обнаруживаемые органами чувств даже в концентрациях, быстро приводящих к острому отравлению. Ртуть – чрезвычайно подвижная жидкость и при неаккуратном обращении может легко проливаться на пол или рабочие лабораторные столы. При этом образовавшиеся незаметные мельчайшие шарики ртути, раскатываясь по всему помещению, могут попадать в самые незначительные щели и труднодоступные для уборки места. Признаки отравления ртутью проявляются в повышенной утомляемости, сонливости, общей слабости, головных болях, головокружении, эмоциональной неустойчивости, общей подавленности, раздражительности, неуверенности в себе, снижении работоспособности, ослаблении памяти и внимания. При волнениях наблюдается дрожание пальцев рук, губ, век, а при тяжелых случаях отравления – трепет всего тела (ртутный трепет), иногда отмечается снижение кожной чувствительности, мышечная слабость, нарушение вкусовых ощущений. Последствия отравления могут проявиться даже спустя несколько лет после контакта с ртутью. Последствия хронического отравления (микромеркуриализм) могут отмечаться даже от ничтожно малых концентраций паров ртути при воздействии на человека в течение 5-10 лет. Индикацию паров ртути следует производить с помощью индикаторных бумажек, пропитанных суспензией йодида меди или сульфида селена. Поглощение паров ртути производят с помощью перманганата калия, нанесенного на силикагель. Все работы с ртутью должны проводиться в вытяжном шкафу над эмалированными или окрашенными масляной краской противнями. Использование для этих целей жестяных противней недопустимо, поскольку ртуть образует с металлами амальгамы.

Правила противопожарной техники и меры пожарной безопасности необходимо соблюдать при пользовании различными электронагревательными приборами и работе с горючими веществами.

Все работы с легковоспламеняющимися и летучими, ядовитыми газообразными веществами следует выполнять только в вытяжном шкафу. Экстракцию органическими растворителями; перегонку и нагревание огнеопасных веществ (эфиры, спирт и т. п.) следует проводить в круглодонных колбах, изготовленных из тугоплавкого стекла, на банях, заполненных соответствующими теплоносителями (водой, маслом). Запрещается опускать посуду с легковоспламеняющейся жидкостью в горячую воду без предварительного подогрева. Работы, связанные с опасностью воспламенения, взрыва и разбрзгивания жидкостей, следует производить стоя. При перегонке жидкостей необходимо внимательно

следить за установкой и состоянием холодильника, регулируя подачу охлаждающей воды, и не оставлять ее без наблюдения даже на короткое время. При работе в вытяжном шкафу, в целях более эффективного действия вентиляции, следует приподнять дверцу шкафа на 1/3 ее подъема, а по окончании работы плотно прикрыть. Работа с легковоспламеняющимися жидкостями должна проводиться в вытяжном шкафу при работающей вентиляции и выключенных электронагревательных приборах и горелках.

Правила работы с нагревательными приборами

При работе с электроплитками склянки с огнеопасными жидкостями следует держать на расстоянии не менее 1 м от места работы. Нельзя оставлять без присмотра действующие (включенные) электронагревательные приборы, горелки и другую аппаратуру. При необходимой отлучке, хотя бы и на непродолжительное время, источники нагрева должны быть выключены.

При переносе горячих стаканов, колб, тиглей необходимо под дно подложить асbestовую подкладку и держать их на некотором расстоянии от себя. Тигли следует придерживать щипцами.

При выполнении работ, представляющих опасность самовозгорания или взрыва, необходимо строго выполнять следующие меры предосторожности: надевать предохранительные очки, сетчатый шлем или маску из органического стекла; рабочее место ограждать толстостенными стеклянными экранами. В случаях воспламенения горючих жидкостей (или любых других веществ) следует быстро погасить горелку, выключить электронагревательные приборы, отставить сосуды с огнеопасными жидкостями в безопасное место и принять меры к тушению пожара.

Горящие жидкости надо накрыть асbestовым одеялом, а затем, если это необходимо, засыпать песком, в случаях воспламенения щелочных металлов пламя следует тушить, покрывалом из асбеста. Тушение водой в этом случае не рекомендуется, так как может привести к взрыву. Во всех других случаях нужно пользоваться огнетушителем.

В случае загорания одежды ни в коем случае нельзя бежать. Гасить пламя следует обертыванием одеялом из плотной ткани. Огнетушитель применять нельзя.

В случае загорания электрических проводов следует тотчас обесточить линию, выключив рубильник, и принять меры к тушению пожара при помощи песка, воды, асbestового одеяла, огнетушителей. В случае возгорания в вытяжном шкафу или лабораторном помещении необходимо немедленно выключить вентиляционные устройства и приступить к тушению пожара всеми имеющимися средствами.

Согласно правилам по технике безопасности каждый работающий в лабораториях обязан знать и беспрекословно выполнять правила

внутреннего распорядка, техники безопасности и противопожарной техники. Перед началом работы необходимо проветрить помещение, подготовить рабочее место; проверить исправность оборудования, с которым предстоит начать работу. По окончании работы рабочее место и участок, где проводились исследовательские работы, должны быть убраны. Все реактивы, которые использовались в работе, следует поставить на свои места. Использованная посуда должна быть залита моющим или дезинфицирующим раствором. Краны, подающие воду и газ, должны быть перекрыты, нагревательные приборы отключены. Перед уходом из помещения лаборатории в журнале дежурств необходимо поставить свою подпись [4-6].

ТЕМА 2. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА или «ВСТРЕЧАЮТ ПО ОДЕЖКЕ...»

Оценка воспроизводимости и правильности анализа – необходимый этап при решении задач физико-химическими методами.

Эти показатели существенно зависят от различных видов **погрешностей** при анализах. Вне зависимости от источника по своей природе погрешности (ошибки) могут быть грубыми (промахи), систематическими и случайными. Грубые ошибки возникают, как правило, из-за невнимания и усталости исследователя, временного выхода из строя измерительного прибора. Обычно такие ошибки проявляются при записи измеренной величины на фоне результатов анализов других проб, например ошибка в порядке числа: 12,2 вместо 122 и пр. Для устранения грубых погрешностей требуются повторные измерения. Тщательная и аккуратная работа и контроль помогают избежать грубых погрешностей. Наиболее часто встречаются промахи – явные ограхи анализа, допущенные из-за некомпетентности аналитика. Типичный пример промаха – ошибочный отбор пробы в объемном анализе, когда пипетка, градуированная в двух сечениях, используется как пипетка, градуированная на полное выпадение жидкости.

!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!рисунок

Систематические погрешности – это односторонние (по знаку) погрешности, вызванные неисправностью измерительного прибора, недостатком метода. Если величина систематической погрешности известна, то учет ее (исключение) не представляет трудности. Причины систематической погрешности можно установить при детальном рассмотрении процедуры анализа.

Случайные погрешности, в отличие от систематических погрешностей, не имеют видимой причины. Точнее говоря, причины их столь многочисленны и каждая из них столь незначительно влияет на общий результат анализа, что рассматривать их индивидуально не имеет смысла. Общая случайная погрешность непостоянна ни по абсолютному значению, ни по знаку, но появление существенной случайной погрешности тем менее вероятно для каждого анализа, чем больше ее абсолютное значение.

Рисунок!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!

Оценка случайных погрешностей проводится на основе теории математической статистики. К. Гаусс в начале прошлого века показал, что случайные ошибки подчиняются так называемому нормальному закону распределения, из которого следует: чем больше ошибка, тем реже она встречается, а положительные ошибки так же вероятны, как и отрицательные.

Рисунок!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!

На рисунке приведены графики, полученные при различных анализах в зависимости от наличия в них погрешностей. На оси абсцисс отложен порядковый номер параллельного анализа из числа многократных определений, на оси ординат – найденные в процессе анализа значения. Для наглядности точки, соответствующие результатам отдельных серий анализа, соединены ломаными или прямыми линиями. Прямая 1 отвечает безупречному анализу, когда во всех многократных определениях отсутствуют как систематические, так и случайные погрешности, равно как и промахи. Этот пример, несомненно, идеализирован. Идеализированными считаются и примеры, которым отвечают прямая линия 2 (отсутствие случайных погрешностей, все результаты анализа отягощены постоянной отрицательной систематической погрешностью) и ломаная линия 3 (отсутствие систематической погрешности, среднее значение определяемой величины совпадает с истинным). Реальным случаям химического анализа отвечает ломаная линия 4, где результаты анализа отягощены постоянной систематической погрешностью и случайной погрешностью переменной величины. Результат анализа № 20 в четвертой серии вызывает подозрение, так как он сильно отличается от среднего x . Не исключено, что при выполнении этого анализа допущен промах. Систематическая погрешность характеризует правильность результата. Случайные ошибки определяют его точность и воспроизводимость.

Для характеристики качества анализа рекомендуется использовать количественно определяемые понятия правильность и воспроизводимость,

а термин точность оставлен как качественное понятие, характеризующее и правильность, и воспроизводимость метода одновременно.

Систематические погрешности нельзя устраниТЬ многократным повторением анализа, поэтому нужно выявить причины и учесть их при подведении анализа.

Случайные погрешности нельзя устраниТЬ. Их только можно и нужно свести к минимуму. Чем больше случайный разброс данных при анализе, тем больше должно быть определений. Усреднение последних даст результат измерений, наиболее близкий к истинному, и соответственно меньше будет вероятность близости единичного результата измерений к истинному значению.

Различают три вида систематических погрешностей. Аддитивные погрешности возникают, если, например, не учитывают расход реагентов на холостую пробу и др. Причиной появления погрешностей другого вида – мультиплекативных – служит, например, неверный титр, неправильно проведенная градуировка. К третьему виду относятся погрешности, нелинейно связанные с изменяемой величиной. Причины их появления многообразны и должны быть определены в каждом конкретном случае. Метод анализа, полностью свободный от систематических погрешностей, никогда не бывает свободен от случайных. Выявление случайных погрешностей можно осуществить при статистическом описании вероятности их появления в процессе анализа определенного числа проб.

Погрешности можно выразить в абсолютных единицах с размерностью определяемых величин (мг, моль, моль/л и т.д.) и относительных (обычно %).

Точность метода анализа – довольно сложная его характеристика, в которой необходимо различать две стороны: воспроизводимость и правильность. Воспроизводимость измеряют отклонением отдельных результатов от среднего значения, правильность – отклонением среднего значения содержания от истинного. Воспроизводимость представляет собой необходимый, но недостаточный признак правильности результатов. Без удовлетворительной воспроизводимости нельзя ожидать и точности. Однако даже хорошая воспроизводимость вовсе не доказывает точность метода.

Воспроизводимость устанавливается по обычным правилам статистической обработки результатов. Однако никакая математическая обработка результатов не может решить вопрос об их правильности или неправильности. Этот вопрос может быть решен только экспериментально, при помощи следующих приемов:

- выполнение анализа другим методом;

- способ добавок, т. е. перед началом анализа вводят в образец точно измеренное количество вещества, подлежащего определению;
- полный анализ и учет возможного влияния других элементов;
- параллельный анализ стандартного образца, близкого по составу анализируемому.

При обработке результатов физико-химических измерений широко применяют **методы графического изображения и анализа**.

Графический метод дает наглядное представление о взаимной связи между изучаемыми величинами и позволяет непосредственно осуществлять измерительные и вычислительные операции (интерполяция, экстраполяция, дифференцирование, интегрирование), причем сделать это (зачастую с достаточно высокой точностью), не прибегая к расчетам, которые могут оказаться сложными и трудоемкими, а подчас и невозможными из-за того, что некоторые зависимости не всегда можно выразить в математической форме. Чертежи облегчают сравнение величин, помогают непосредственно обнаружить точки перегиба (например, при титровании), максимумы и минимумы, условия наибольших и наименьших скоростей изменения величин, периодичность и другие особенности, которые ускользают при записи результатов в уравнениях и недостаточно отчетливо проявляются в таблицах. Известно, например, что исторически метод физико-химического анализа основан именно на построении диаграмм, которые позволяют, в частности, установить степень устойчивости химического соединения, величину и характер отклонения свойств раствора от идеального и т. д. Кроме того, при помощи графика часто можно определить, существует ли какая-либо зависимость между измеренными величинами, а при ее наличии иногда найти и математическое выражение такой зависимости.

Результаты опыта всегда в той или иной степени неточны. В связи с этим наблюдается разброс точек в системе координат. В связи с этим кривую следует проводить так, чтобы она проходила насколько возможно ближе ко всем нанесенным точкам.

(группа рисунков). !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!

Цели координаты точек на концах кривой выходят за пределы надежности измерений или примененного метода, их отклонение от кривой может оказаться значительным; в подобных случаях конечные точки учитывают меньше остальных. При обнаружении точек, значительно удаленных от кривой, эксперимент в этой области необходимо повторить. Если повторение лает результаты, соответствующие точкам, лежащим вблизи

кривой, то первоначально полученные данные считают ошибочными. Если найденные данные подтверждатся, это будет свидетельствовать об изменении характера зависимости в повторно исследованной области.

Иногда приходится строить график функции, заданной уравнением. Если на кривой обнаружены экстремальные участки (например, максимумы), то на них наносят большее число точек.

(рисунок). !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!

Нельзя делать вывод относительно максимума функции на основании только одной точки. Устойчивое положение точки максимума необходимо подтвердить, по крайней мере, двумя дополнительными точками справа и слева от максимума.

Для удобства работы и получения наиболее надежных результатов графики строят на миллиметровой бумаге. Кривая должна занимать почти все поле чертежа. Для этого шкалы для X и Y начинают с ближайшего к наименьшему округленному значению и заканчивают ближайшим к наибольшему округленному значению данной величины. Так, если X меняется в пределах от 0,53 до 0,97, то ось абсцисс целесообразно ограничить слева значением 0,5, а справа 1,0.

В качестве опорных точек при разметке осей выбирают не опытные, а округленные и равноотстоящие значения X и Y в интервале, охваченном экспериментом. После этого наносят результаты наблюдений, что позволяет в дальнейшем быстро и легко определять координаты любой точки на графике. Цену деления выбирают в зависимости от крайних значений X и Y, однако целесообразно отдать предпочтение такому масштабу, в котором 1 см принят за 1, 2 или 5 единиц. Если на графике нанесены равноотстоящие, но не целочисленные значения, пользоваться ими затруднительно. При нанесении координатных линий следует помнить, что излишняя густота их может привести к путанице, а недостаток – к необходимости слишком частой интерполяции. Целесообразно наносить числа не у всех линий координатной сетки, а, например, через одну или две, но единообразно на всем протяжении как оси X, так и оси Y. Около осей приводят обозначения рассматриваемых величин (а при отсутствии подписи под рисунком – и их название), а также указывают единицы их измерения.

Соотношение в масштабах по координатным осям выбирают так, чтобы кривая не была очень крутой или же очень пологой, т. е. слишком сжатой по одной оси и излишне растянутой по другой. При несоблюдении этого условия изображенные на графике зависимости окажутся менее наглядными (в частности, менее отчетливыми будут экстремальные участки кривых), уменьшится точность отсчета по чертежу (в частности,

небольшая ошибка в значении одной из величин может привести к большей погрешности в другой), уменьшится также надежность различных вычислительных операций.

Рис!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!

Во всех случаях, кроме тех, когда точность, определяемая масштабами на осях координат, резко отличается, желательно, чтобы линия графика была наклонена к оси абсцисс под углом, близким к 45° . В таком случае условия отклонения нанесенных точек от линии графика будут наиболее заметны и ее можно будет провести через эти точки наиболее точно. Особенно важно соблюдать это правило при построении калибровочных кривых (см. следующее занятие), так как последними пользуются для вычисления результатов определения.

При выборе размера бумаги для чертежа, разметке осей и установлении относительных масштабов руководствуются степенью достоверности экспериментального материала. Желательно, чтобы точность отсчетов по графику была несколько больше точности опытных данных: более мелкий масштаб приведет к утрате точности, более крупный – к непроизводительной трате времени на построение чертежа.

Таблицы также служат инструментом анализа, главное в них – это выводы, показывающие самостоятельность, оригинальность и глубину исследования. В таблицу вносят данные, которые не поддаются воспроизведению с помощью схем, графиков, диаграмм.

Правила составления таблиц:

1. Все таблицы в пределах одного материала строят однотипно. Рекомендуемые пропорции таблиц 3:2 или 3:1 (первая цифра характеризует заполнение листа по ширине).

2. Сложные таблицы с соподчиненными графиками упрощают, разбивая материал на два-три (но не более) соподчиненных.

3. Таблицы нумеруют. Заголовок из пяти – семи слов строят так, чтобы раскрыть содержание таблицы.

4. В таблице должно быть не более десяти вертикальных граф (столбцов) или горизонтальных (строчек). При большем числе их объединяют в четко различимые подгруппы.

5. Диагональных разделительных линий в заголовках таблиц следует избегать. Если большая часть наименований сопровождается размерностями, то вводят графу «Единицы измерений». Графу «Примечание» вводят, если записи в ней будут относиться не менее чем к половине строк таблицы. Если из 10–12 значений строки или графы изменяются одно-два, то графу «Примечание» исключают и дают примечание к таблице. Если пропусков избежать нельзя, то надо

обязательно пометить их тире. Начальные слова в графах пишут с прописной буквы. В конце текста в графах таблиц точку не ставят.

6. Вместо некоторых математических терминов употребляют соответствующие символы: примерно (\sim); менее или равно (\leq); более или равно (\geq).

7. Распашные многостраничные таблицы лучше заменять несколькими одностраничными.

Правила выражения численных результатов анализа:

1. Число, которым выражают результаты анализа, характеризует как содержание данного компонента, так и воспроизводимость анализа. Поэтому пишут столько значащих цифр, чтобы только последняя была сомнительной, а предпоследняя – достоверной. Пример. 5600; 560×10 ; 56×10^2 . Первое число пишут, если наблюдения позволяют считать достоверной три значащие цифры, а последнее – если достоверна только цифра 5, а цифра 6 уже сомнительна, т. е. первое обозначение используют, если подразумевают значение 5600 ± 1 , а последнее – $(56 \pm 1) \times 10^2$.

2. Конечный результат не может быть более точным, чем наименее точная цифра в цепи вычислений. Это относится не только к измерениям в последней стадии анализа, но и к методу в целом.

Пример. Спектральный анализ какого-либо материала не может быть более точным, чем химический метод, которым устанавливали содержание данного компонента в соответствующих стандартных образцах.

3. При вычислениях всегда используют принцип Крылова – Брадиса (если, конечно, исходные данные записаны с соблюдением этого принципа):

а) при сложении и вычитании в окончательном результате и в слагаемых сохраняют не больше знаков после запятой, чем в наименее достоверном числе;

б) при умножении и делении в конечном результате и во всех множителях сохраняют не больше значащих цифр, чем в наименее достоверном числе.

Очевидно, выполнять арифметические действия по указанному выше правилу необходимо только до получения цифры, оставляемой по правилу знаков.

4. При округлении приближенных чисел или результатов действий над ними различают два случая: если отбрасываемая цифра меньше 5, то предшествующая, оставшаяся в результате цифра не изменяется; если отбрасываемая цифра равна или больше 5, оставшуюся цифру увеличивают на единицу.

ТЕМА 3. РЕАКТИВЫ

Реактивами называются хорошо очищенные вещества, которые могут применяться для различных лабораторных работ. На каждом коммерческом реактиве должна быть этикетка со следующими обозначениями:

- название вещества и его химическая формула;
- масса реактива;
- ГОСТ (Государственный стандарт);
- квалификация чистоты реактива: чистый (ч), химически чистый (х.ч.), чистый для анализа (ч.д.а.), технический (техн.);
- номер партии;
- дата изготовления.

В тех случаях, когда молекулярная формула слишком сложна или не дает наглядного и полного представления о характере вещества органического вещества, вместо формулы пишут наиболее распространенное название вещества. Кроме бумажных этикеток, используют надписи на стекле. В целях безопасности запрещается хранить реактивы без этикеток.

При подборе пробки для тары следует учитывать свойства реактива. Некоторые реактивы могут вступать в реакцию с материалом, из которого изготовлена пробка. Такие реактивы лучше закупоривать стеклянными притертymi пробками. Так же следует поступать и с кислотами. Щелочи в твердом виде и растворе, наоборот, нельзя закупоривать притертыми пробками. Чтобы предохранить щелочь от действия углекислого газа воздуха, посуду закрывают резиновой пробкой, в которую вставлена хлоркальциевая трубка для поглощения углекислого газа. Реактив нельзя держать в посуде, закупоренной пробкой, в следующих случаях: 1) реактив обладает высокой гигроскопичностью (легко поглощает влагу из воздуха); 2) взято очень точное количество реактива, которое может измениться при хранении; 3) реактив легко испаряется. Такие реактивы хранят в запаянных ампулах. Примером служат фиксаналы. Если реактив чувствителен к действию света, например бромид серебра, нитрат серебра, пероксид водорода, то его хранят в склянках из оранжевого стекла. Иногда посуду с такими реактивами оберывают темной бумагой и ставят в шкаф, непроницаемый для света. Реактивы, не требующие специальных условий хранения, лучше размещать на стеллажах с узкими полками, ширина которых достаточна для размещения друг за другом двух банок средней величины. Чтобы легче было ориентироваться среди множества реактивов, рекомендуется расставлять их следующим образом. Неорганические вещества расставляют по общеизвестной классификации: простые вещества (металлы и неметаллы), оксиды, основания, соли. Кислоты хранят отдельно. Соли

лучше расставлять по катионам, т. е. по металлам, входящим в их состав. Органические вещества удобнее расставлять по алфавиту. Если ассортимент реактивов очень разнообразен, то рекомендуется пронумеровать шкафы и полки, а на реактивы завести картотеку, по которой можно легко найти любой необходимый реактив.

Главное требование к реактиву – его чистота. Реактивы нужно беречь от загрязнений. Если реактив получен в крупной расфасовке, не следует в повседневной работе постоянно брать его из заводской крупной тары. Следует отсыпать или отлить часть реактива в небольшую посуду и сделать этикетку. Нельзя ссыпать или сливать реактивы из посуды, в которой проводится реакция, обратно в посуду для хранения. Если взято слишком много реактива, то его высыпают или выливают в новую чистую посуду, делают на ней надпись и используют в дальнейшем. Если количество реактива немногим больше, чем нужно, то его следует отсыпать или отлить в специальную банку для слива или слить в канализацию, если это допустимо. Нельзя путать пробки от посуды с разными реактивами, а также хранить реактивы без пробок или крышечек. Вскрывать запечатанные сосуды с реактивами надо осторожно, чтобы внутрь не попали парафин и грязь с пробки. Нельзя брать реактивы руками. При работе с порошкообразными реактивами необходимо использовать фарфоровые ложечки, совочки, лопаточки. Если реактив надо поместить в пробирку, то его прямо из банки можно зачерпнуть чистой сухой пробиркой. Пересыпать порошкообразный реактив можно через воронку, сделанную из чистого листа глянцевой белой бумаги, целлофана или пергамента и вставленную в сосуд с более узким горлом. Переливать реактивы нужно очень аккуратно. При переливании из сосуда с более узким горлом необходимо пользоваться воронкой. Если бутыль, из которой берут жидкость, очень велика, то пользуются пипеткой или сифоном. Набирать реактив пипеткой можно только с помощью резиновой груши.

Крупные куски реактива следует брать тигельными щипцами. Большие куски весьма часто приходится разбивать на мелкие части. Нередко поступают в виде крупных кусков: щелочь, карбид кальция и другие реактивы. Не очень крупные куски можно разбить в металлической ступке, не особенно твердые можно растереть в фарфоровой ступке. Большие и твердые куски завертывают в чистую льняную сложенную вдвое салфетку и, защитив руки резиновыми перчатками, глаза защитными очками, одежду резиновым фартуком, разбивают молотком. Затем более мелкие куски растирают в ступке, соблюдая те же меры предосторожности. При использовании реактива, хранящегося в ампуле, сначала на ее узком конце делают надрез напильником, а затем, обернув руки полотенцем, отламывают конец ампулы, одновременно как бы растягивая ее, чтобы не поранить руки стеклом.

Квалификация чистоты реактива.

«Технические» реактивы содержат много примесей и для работы в лаборатории непригодны. Технические реактивы применяют для подсобных целей, например техническую серную кислоту – для мытья посуды. «Чистый» (ч.) реактив имеет до 0,1% примесей. В «чистом для анализа» (ч. д. а.) реактиве общее количество примесей не превышает 0,07 %. «Химически чистый» (х. ч.) реактив имеет общее количество примесей до 0,03 %. Эти три вида реактивов применяются при работе в лаборатории. На этикетке указана степень чистоты реактива и количество всех примесей.

В биохимической лаборатории может не оказаться реактива нужной степени чистоты. Кроме того, многие соли, содержащие кристаллизационную воду, при хранении теряют часть этой воды. Гигроскопичные вещества при стоянии поглощают пары воды из воздуха. Такие реактивы, как спирт, бензол, эфир, содержат большее или меньшее количество воды. Во всех этих случаях реактивы очищаются.

Очистка методом перекристаллизации

Наиболее часто в лабораторной практике приходится очищать различные растворимые соли. Для этого применяется их перекристаллизация. При перекристаллизации готовится горячий насыщенный (или близкий к насыщенному) раствор данного реактива. При охлаждении раствора вследствие понижения растворимости выделяются кристаллы очищаемого вещества. Примеси остаются в растворе, так как раствор является насыщенным только по отношению к очищаемому веществу.

Если растворимость вещества мало изменяется с изменением температуры, то для возможно более полной кристаллизации применяется так называемое высаливание. При высаливании к раствору очищаемого вещества добавляют реактив, понижающий его растворимость и способствующий кристаллизации. Например, при перекристаллизации хлорида натрия добавляют хлороводородную кислоту.

Если реактив содержит нерастворимые примеси, то раствор перед охлаждением фильтруют через складчатый фильтр в воронке для горячего фильтрования и, затем, высушивают.

Методом перекристаллизации можно очищать и многие твердые органические вещества. Перекристаллизацию можно проводить не только из водных растворов, но и из спиртовых, бензольных и др.

Очистка методом возгонки

Некоторые твердые вещества (например, йод) обладают способностью при нагревании, не плавясь, переходить в твердое состояние. Это явление называется сублимацией, или возгонкой. Возгонка применяется для очистки веществ от нелетучих примесей. Этим методом можно очистить йод, хлорид аммония, серу и др.

Рис!!!!!!!!!!!!!!

Перегонка или дистилляция

Это один из важнейших методов очистки жидкостей. При перегонке жидкость путем нагревания переводят в парообразное состояние, затем снова конденсируют, т. е. превращают в жидкость. При этом все твердые примеси и более высококипящие жидкые примеси остаются в колбе, а более низкокипящие примеси отгоняются раньше основной жидкости. Перегонкой очищают воду (дистиллированная вода) и другие жидкости.

Рис!!!!!!!!!!!!!!

Собрав прибор для перегонки, тщательно проверяют, хорошо ли подобраны пробки и правильно ли стоит термометр. В колбу Вюрца вставляют воронку с длинной трубкой и аккуратно наливают жидкость, подлежащую перегонке, бросив в нее несколько капилляров с одним запаянным концом (запаянный конец должен находиться над жидкостью), это необходимо для равномерного кипения. Закрывают горло колбы пробкой с термометром. После этого подставляют приемник для дистиллята и начинают нагревать. При перегонке необходимо внимательно следить, чтобы жидкость кипела равномерно и не бурлила. Перегонка не должна проходить слишком быстро. Как только жидкость закипит, внимательно следят за показаниями термометра. Первая небольшая порция дистиллята – это примеси. Когда показания термометра будут соответствовать температуре кипения перегоняемого вещества, подставляют другой приемник, куда собирают перегоняемое вещество. Перегонку заканчивают тогда, когда в колбе Вюрца остается еще небольшое количество жидкости. Перегонять досуха не разрешается.

Обезвоживание органических реагентов

При работе в лаборатории часто приходится очищать различные растворители (спирт, эфир, бензол и др.). Все эти реагенты содержат воду в том или ином количестве, присутствие которой может мешать работе. Поэтому эти реагенты, прежде чем перегонять, высушивают. Очищенные таким образом жидкости называют абсолютными. Поскольку органические реагенты обладают разными свойствами, способы их высушивания различны.

Абсолютизование спирта.

В круглодонную колбу помещают обезвоженный сульфат меди CuSO_4 и наливают спирт. Колбу подключают к обратному холодильнику, который закрывают пробкой и хлоркальциевой трубкой. В хлоркальциевую трубку помещают прокаленный хлорид кальция CaCl_2 для поглощения паров воды из воздуха.

РИС!!!!!!!!!!!!!!

Прибор устанавливают на водяной бане и кипятят в течение 6-8 ч. По окончании кипения обратный холодильник заменяют холодильником Либиха и спирт перегоняют в чистую колбу. Прибор во время перегонки также тщательно защищают от попадания влаги воздуха.

**ТЕМА 4. РАСТВОРЫ. РАСЧЕТ РАСТВОРОВ
или «ОТ ТЕОРИИ К ПРАКТИКЕ»**

Обычно при употреблении названия «раствор» имеются в виду истинные растворы. В истинных растворах растворенное вещество в виде отдельных молекул распределено среди молекул растворителя. Не все вещества растворяются одинаково хорошо в любой жидкости, т.е. растворимость различных веществ в тех или иных растворителях различна. Обычно растворимость твердых веществ увеличивается с повышением температуры, поэтому при приготовлении таких растворов во многих случаях необходимо их подогревать.

В определенном количестве каждого растворителя может быть растворено не более определенного количества данного вещества. Если приготовить раствор, содержащий в единице объема наибольшее количество вещества, которое может раствориться при данной температуре, и добавить к нему дополнительно хотя бы небольшое количество растворимого вещества, то оно останется нерастворенным. Такой раствор называется насыщенным. Если приготовить при нагревании концентрированный раствор, близкий к насыщенному, а затем быстро, но осторожно охладить полученный раствор, осадок может не выпасть. Если в такой раствор бросить кристалл соли и перемешать или потереть стеклянной палочкой о стенки сосуда, то из раствора выпадут кристаллы соли. Следовательно, в охлажденном растворе содержалось соли больше, чем это отвечало се растворимости при данной температуре. Такие растворы называются пересыщенными.

Свойства растворов всегда отличаются от свойств растворителя. Раствор закипает при более высокой температуре, чем чистый растворитель. Температура затвердевания, наоборот, у растворов ниже, чем у растворителя.

По характеру взятого растворителя растворы делятся на водные и неводные. К последним относятся растворы веществ в органических растворителях (спирт, ацетон, бензол, хлороформ и т. д.). Растворителем большинства солей, кислот и щелочей служит вода. Биохимики редко пользуются такими растворами, они чаще работают с водными растворами веществ.

В каждом растворе содержание вещества различно, поэтому важно знать количественный состав раствора. Существуют различные способы выражения концентрации растворов: в массовых долях растворенного вещества, молях на 1 л раствора, эквивалентах на 1 л раствора, граммах или миллиграммах на 1 мл раствора и др.

Массовая доля растворенного вещества определяется в процентах. Поэтому эти растворы называются процентными растворами. Массовая доля растворенного вещества (ω) выражает отношение массы растворенного вещества (m_1) к общей массе раствора (m).

$$\omega = (m_1/m) \times 100\%$$

Массовую долю растворенного вещества принято выражать на 100 г раствора. Следовательно, 10% раствор содержит 10 г вещества в 100 г раствора или 10 г вещества и $100-10 = 90$ г растворителя.

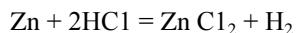
Молярная концентрация определяется количеством молей вещества в 1 л раствора. Молярной концентрацией раствора (M) называют отношение количества растворенного вещества в молях (v) к определенному объему этого раствора (V).

$$M = (v/V)$$

Объем раствора обычно выражают в литрах. В лабораториях величину молярной концентрации принято обозначать буквой M . Так, одномолярный раствор обозначается 1 M (1 моль/л), децимолярный – 0,1 M (0,1 моль/л) и т.д. Для того чтобы установить, какое количество граммов данного вещества находится в 1 л раствора заданной концентрации, необходимо знать его молярную массу (см. таблицу Менделеева). Известно, что масса 1 моль вещества численно равна его молярной массе, например молярная масса хлорида натрия равна 58,45 г/моль, следовательно, масса 1 моль NaCl равна 58,45 г. Таким образом, 1 M раствор NaCl содержит 58,45 г хлорида натрия в 1 л раствора.

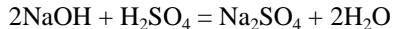
Молярная концентрация эквивалента (нормальная концентрация) определяется числом эквивалентов растворенного вещества в 1 л раствора. Разберем понятие «эквивалент». Например, в HCl содержится 1 моль атомарного водорода и 1 моль атомарного хлора. Можно сказать, что 1 моль атомарного хлора эквивалентен (или равноценен) 1 моль атомарного водорода, или эквивалент хлора в соединении HCl равен 1 моль.

Цинк с водородом не соединяется, но вытесняет его из ряда кислот:



Из уравнения реакций видно, что 1 моль цинка замещает 2 моль атомарного водорода в хлороводородной кислоте. Следовательно, 0,5 моль цинка эквивалентен 1 моль атомарного водорода, или эквивалент цинка для данной реакции будет равен 0,5 моль.

Эквивалентами могут быть и сложные соединения, например в реакции:

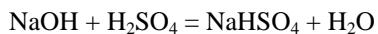


1 моль серной кислоты вступает в реакцию с 2 моль гидроксида натрия. Отсюда следует, что 1 моль гидроксида натрия эквивалентен в данной реакции 0,5 моль серной кислоты.

Необходимо помнить, что в любой реакции вещества реагируют в эквивалентных количествах. Для приготовления растворов, содержащих определенное количество эквивалентов данного вещества, необходимо уметь подсчитать молярную массу эквивалента (эквивалентную массу), т. е. массу одного эквивалента. Эквивалент (а, следовательно, и эквивалентная масса) не является постоянной величиной для данного соединения, а зависит от типа реакции, в которую вступает соединение.

Эквивалентная масса кислоты равна ее молярной массе, деленной на основность кислоты. Так, для азотной кислоты HNO_3 эквивалентная масса равна ее молярной массе. Для серной кислоты эквивалентная масса равна $98:2 = 49$. Для трехосновной фосфорной кислоты эквивалентная масса равна $98:3 = 32,6$.

Таким способом вычисляется эквивалентная масса для реакций полного обмена или полной нейтрализации. При реакциях неполной нейтрализации и неполного обмена эквивалентная масса вещества зависит от течения реакции. Например, в реакции:



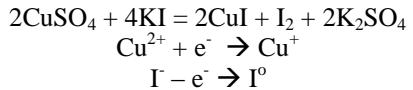
1 моль гидроксида натрия эквивалентен 1 моль серной кислоты, поэтому в данной реакции эквивалентная масса серной кислоты равна ее молярной массе, т. е. 98 г.

Эквивалентная масса основания равна его молярной массе, деленной на степень окисления металла. Например, эквивалентная масса гидроксида натрия NaOH равна его молярной массе, а эквивалентная масса гидроксида магния $\text{Mg}(\text{OH})_2$ равна $58,32:2 = 29,16$ г. Так вычисляется эквивалентная масса только для реакции полной нейтрализации. Для реакции неполной нейтрализации эта величина также будет зависеть от течения реакции.

Эквивалентная масса соли равна молярной массе соли, деленной на произведение степени окисления металла на число его атомов в молекуле соли. Так эквивалентная масса сульфата натрия равна $142: (1 \times 2) = 71$ г., а

эквивалентная масса сульфата алюминия $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ равна 342: $(3 \times 2) = 57$ г. Однако если соль участвует в реакции неполного обмена, то учитывается только число атомов металла, участвующих в реакции.

Эквивалентная масса вещества, участвующего в окислительно-восстановительной реакции, равна молярной массе вещества, деленной на число электронов, принятых или отдаенных данным веществом. Следовательно, прежде чем производить вычисление, необходимо написать уравнение реакции:



Эквивалентная масса CuSO_4 равна молярной массе (160 г). В лабораторной практике применяют название «нормальная концентрация», которая обозначается в различных формулах буквой N, а при обозначении концентрации данного раствора буквой «н». Раствор, содержащий 1 эквивалент в 1 л раствора, называется однородным и обозначается 1 н., содержащий 0,1 эквивалент – децинормальным (0,1 н.), 0,01 эквивалент – сантинормальным (0,01 н.).

Титр раствора – количество граммов вещества, растворенного в 1 мл раствора. В аналитической лаборатории концентрацию рабочих растворов пересчитывают непосредственно на определяемое вещество. Тогда титр раствора показывает, какому количеству граммов определяемого вещества соответствует 1 мл рабочего раствора.

Концентрацию растворов, применяемых в фотометрии так называемых стандартных растворов, выражают обычно количеством миллиграммов в 1 мл раствора.

При приготовлении растворов кислот часто применяется концентрация 1:x, показывающая, сколько объемных частей воды (X) приходится на одну часть концентрированной кислоты.

К приблизительным растворам относятся растворы, концентрация которых выражена в процентах, а также растворы кислот, концентрация которых обозначена выражением 1:x. Перед приготовлением растворов подготавливают посуду для приготовления и хранения их. Если готовят небольшое количество раствора, которое будет использовано в течение дня, то его не обязательно переливать в бутыль, а можно оставить в колбе. На колбе необходимо написать специальным восковым карандашом (или маркером) формулу растворенного вещества и концентрацию раствора, например HCl (5%). При длительном хранении на бутыль, в которой будет храниться раствор, обязательно наклеивают

этикетку с указанием, какой раствор в ней находится и когда он приготовлен. Например:

*Кафедра биохимии (ауд. 117В)
нитрат калия KNO₃ 10%
(06.09.86)*

Посуда для приготовления и хранения растворов должна быть чисто вымыта и сполоснута дистиллированной водой. Для приготовления растворов следует применять только чистые вещества и дистиллированную воду. *Перед приготовлением раствора необходимо произвести расчет количества растворяемого вещества и количества растворителя. При приготовлении приблизительных растворов количество растворяемого вещества рассчитывают с точностью до десятых долей, значения молекулярных масс берут округленно до целых чисел, а при расчете количества жидкости доли миллилита не учитывают.* Техника приготовления растворов различных веществ различна. Однако при приготовлении любого приблизительного раствора навеску берут на технохимических весах, а жидкости отмеривают мерным цилиндром.

Приготовление растворов солей. Требуется приготовить 200 г 10% раствора нитрата калия KNO₃. Расчет необходимого количества соли производят согласно пропорции:

$$100 \text{ г} - 10 \text{ г KNO}_3$$

$$200 \text{ г} - X \text{ г KNO}_3$$

$$X = (200 \times 10) / 100 = 20 \text{ г KNO}_3$$

Количество воды: 200-20=180 г или 180 мл.

Если соль, из которой приготовлен раствор, содержит кристаллизационную воду, то расчет будет несколько иной. Например, требуется приготовить 200 г 5% раствора CaCl₂, исходя из CaCl₂ x 6H₂O. Вначале производят расчет для безводной соли:

$$100 \text{ г} - 5 \text{ г CaCl}_2$$

$$200 \text{ г} - X \text{ г CaCl}_2$$

$$X = 10 \text{ г CaCl}_2$$

Молекулярная масса CaCl₂ равна 111, молекулярная масса CaCl₂ x 6H₂O – 219, следовательно, 219 г CaCl₂ x 6H₂O содержит 111 г CaCl₂.
Т.е. 219 – 111

$$X - 10 \quad X = 19,7 \text{ г. CaCl}_2 \text{ x } 6\text{H}_2\text{O}$$

Для получения требуемого раствора необходимо отвесить 19,7 г соли CaCl₂ x 6H₂O. Количество воды равно 200-19,7=180,3 г, или 180,3 мл. Воду отмеривают мерным цилиндром, поэтому десятые доли миллиметра в расчет не принимают. Следовательно, нужно взять 180 мл воды.

Раствор соли готовят следующим образом. На технохимических весах отвешивают необходимое количество соли. Аккуратно переносят навеску в колбу или стакан, где будут готовить раствор. Отмеривают нужное количество воды мерным цилиндром и выливают в колбу с навеской гами примерно половину отмеренного количества. Энергичным

помешиванием добиваются полного растворения взятой навески, причем иногда для этого необходимо нагревание. После растворения навески добавляют остальное количество воды. Если раствор мутный, то его отфильтровывают через складчатый фильтр.

Приготовление растворов щелочей. Расчет количества щелочи, необходимого для приготовления раствора той или иной концентрации, производят так же, как для растворов солей. Однако твердая щелочь, особенно не очень хорошо очищенная, содержит много примесей, поэтому рекомендуется отвешивать щелочи в количестве, больше рассчитанного на 2-3%. Техника приготовления растворов щелочей имеет свои особенности. При приготовлении растворов щелочей нужно соблюдать следующие правила.

1. Кусочки щелочи следует брать щипцами, пинцетом, а если необходимо взять их руками, то обязательно в резиновых перчатках. Гранулированную щелочь в виде маленьких лепешечек насыпают фарфоровой ложкой.
2. Отвешивать щелочь на бумаге нельзя; для этого следует использовать только стеклянную или фарфоровую посуду.
3. Щелочь нельзя растворять в толстостенных бутылях, так как при растворении происходит сильное разогревание раствора; бутыль может лопнуть.

Отвшенное на технохимических весах количество щелочи помещают в большую фарфоровую чашку или стакан. В эту посуду наливают такое количество воды, чтобы раствор имел концентрацию 35-40%. Перемешивают раствор стеклянной палочкой, пока вся щелочь не растворится. Затем раствор оставляют стоять до остывания и выпадения осадка. Осадок представляет собой примеси (в основном карбонаты), которые не растворяются в концентрированных растворах щелочей. Оставшуюся щелочь осторожно сливают в другой сосуд (лучше с помощью сифона), куда доливают нужное количество воды.

Приготовление растворов кислот. Расчеты для приготовления растворов кислот иные, чем при приготовлении растворов солей и щелочей, так как концентрация растворов кислот не равна 100% из-за содержания воды; нужное количество кислоты не отвешивают, а отмеривают мерным цилиндром. При расчетах растворов кислот используют стандартные таблицы, в которых указан процент раствора кислоты, плотность данного раствора при определенной температуре и количество этой кислоты, содержащееся в 1л раствора данной концентрации.

Например, требуется приготовить 1 л 10% раствора HCl, исходя из имеющейся 38,0 % кислоты с плотностью 1,19. По таблице находим, что 10% раствор кислоты при комнатной температуре имеет плотность 1,05, следовательно, масса 1л ее равна $1,05 \times 1000 = 1050$ г. Для этого количества рассчитывают содержание чистого HCl:

100 г – 10 г HCl

1050 г – X г HCl

X = 105 г HCl

Кислота, имеющая плотность 1,19, содержит 38 г HCl, следовательно:

100 г – 38 г

X г – 105 г

X = 276 г или 276 : 1,19 = 232 мл.

Количество воды: 1000 мл – 232 мл = 768 мл.

Часто употребляют растворы кислот, концентрация которых выражена 1:x, где x – целое число, показывающее, сколько объемов воды надо взять на один объем концентрированной кислоты. Например, раствор кислоты 1:5 означает, что при приготовлении раствора смешали 5 объемов воды с 1 объемом концентрированной кислоты.

Например, приготовить 1 л раствора серной кислоты 1:7. Всего будет 8 частей. Каждая часть равна 1000:8 = 125 мл. Следовательно, нужно взять концентрированной кислоты 125 мл, а воды – 875 мл.

При приготовлении растворов кислот нужно соблюдать следующие правила:

1. Раствор нельзя готовить в толстостенной бутыли, так как при разбавлении кислот, особенно серной, происходит сильное разогревание. Растворы кислот готовят в колбах.
2. При разбавлении нельзя наливать воду в кислоту. В колбу наливают рассчитанное количество воды, а затем тонкой струй, постепенно, при перемешивании добавляют нужное количество кислоты. Кислоту и воду отмеривают мерными цилиндрами.
3. После остывания раствора его переливают в бутыль и наклеивают этикетку; бумажную этикетку парафинируют; можно сделать этикетку особой краской прямо на бутылях.
4. Если концентрированная кислота, из которой будут готовить разбавленный раствор, хранится долгое время, то необходимо уточнить ее концентрацию. Для этого измеряют ее плотность и по таблице находят точное содержание кислоты в растворе.

Концентрацию точных растворов выражают в виде молярной или нормальной концентрации или титром. Эти растворы обычно употребляются при аналитических работах; в физико-химических и биохимических исследованиях их применяют нечасто.

Навески для приготовления точных растворов рассчитывают с точностью до четвертого десятичного знака, а точность молекулярных масс соответствует той точности, с которой они приведены в справочных таблицах. Навеску берут на аналитических весах; раствор готовят в мерной колбе, т. е. количество растворителя не рассчитывают. Приготовленные

растворы не следует хранить в мерных колбах, их переливают в бутыль с хорошо подобранный пробкой. Если точный раствор нужно перелить в бутыль или в другую колбу, то поступают следующим образом. Бутыль или колбу, в которую будут переливать раствор, тщательно моют, ополаскивают несколько раз дистиллированной водой и дают постоять в перевернутом виде, чтобы вода стекла, или сушат. Ополаскивают бутыль 2-3 раза небольшими порциями того раствора, который собираются переливать, а затем переливают сам раствор. Каждый точный раствор имеет свой предельный срок хранения.

Расчеты при приготовлении молярных и нормальных растворов проводят следующим образом.

Пример 1.

Требуется приготовить 2 л 0,5 М раствора Na_2CO_3 . Молярная масса Na_2CO_3 равна 106. Следовательно, 1 л 0,5 М раствора содержит 53 г Na_2CO_3 . Для приготовления 2 л необходимо взять $53 \times 2 = 106$ г Na_2CO_3 . Это количество соли будет содержаться в 2 л раствора.

Иной способ визуализации расчета:

1 л 1М раствора Na_2CO_3 содержит 106 г Na_2CO_3
 $(1\text{ л} - 1\text{M} - 106 \text{ г})$

2 л 1М раствора Na_2CO_3 содержит x г Na_2CO_3
 $(2\text{ л} - 1\text{M} - x \text{ г});$

при подсчете «рукой закрывается» центральная часть выражения (1М)
Находим, что 2 л 1М раствора Na_2CO_3 содержит 212 г Na_2CO_3

$(2\text{ л} - 1\text{M} - 212 \text{ г})$

А 2 л 0,5М раствора Na_2CO_3 («закрывается левая часть») содержит x г Na_2CO_3
 $(2\text{ л} - 0,5\text{ M} - x \text{ г})$

Т.е. 2 л 0,5М раствора Na_2CO_3 содержит 106 г Na_2CO_3
 $(2\text{ л} - 0,5\text{ M} - 106 \text{ г})$

Или, коротко:

1 л – 1М – 106 г

2 л – 1М – x г; x = 212 г.

2 л – 1М – 212 г

2 л – 0,5 М – x г; x = 106 г.

Ответ:

2 л – 0,5 М – 106 г

Такой вариант записи решения задач в ряде предпочтительнее, поскольку при его записи используется логика, а не механическое повторение типовой задачи.

Пример 2.

Требуется приготовить 500 мл 0,1 н. раствора Na_2SO_4 . 1 л 0,1 н. раствора содержат 0,1 эквивалента:

1000 мл – 0,1 эквивалента

500 мл – X; $X = 0,05$ эквивалентов

Подсчитывают эквивалентную массу соли:

$$\mathcal{E}_{\text{Na}_2\text{SO}_4} = M:2 = 142,04:2 = 71,02 \text{ г.}$$

1 эквивалент – 71,02 г

$$0,05 - X \text{ г;} \quad X = 71,02 \times 0,05 = 3,5510 \text{ г}$$

Для приготовления требуемого раствора необходимо взять 3,551 г Na_2SO_4 и приготовить раствор в мерной колбе вместимостью 500 мл.

Вопросы к зачетуТехника безопасности:

- Общие правила безопасности при работе в биохимической лаборатории.
- Правила противопожарной техники.
- Правила организации рабочего места.
- Санитарно-гигиенические требования к оборудованию лаборатории.
- Правила работы с химическими веществами.
- Техника безопасности при работе со щелочами и кислотами.
- Правила работы с ядами и летучими веществами.
- Ингаляционные отравления. Способ борьбы с ним.
- Отравление ртутью (признаки, неотложная помощь и т.п.).

Оформление результатов эксперимента:

- Графическая обработка результатов анализа.
- Оформление материала в таблицах.
- Численные выражения результатов.
- Виды, источники и характеристики погрешностей.
- Взаимосвязь между воспроизводимостью и правильностью метода анализа.
- С какой целью используют калибровочные кривые? Правила их построения.

Приготовление и хранение растворов:

- Понятие «растворимость». Примеры.
- Понятие «истинный» раствор.
- Что такое реагент?

- Правила хранения ядовитых реактивов, огнеопасных веществ, сжатых газов, светочувствительных реактивов, гигроскопичных веществ, кислот и щелочей?
- Какими способами можно уберечь реактивы от загрязнения?
- Как следует переливать реактивы из больших емкостей в меньшие?
- Подбор пробок к разным реактивам?
- Порядок расстановки реактивов в шкафах
- Способы выражения концентрации растворов кислот.
- Способы выражения концентрации растворов щелочей.
- Способы выражения концентрации растворов солей.
- Что означает термин «нормальная» концентрация и чем она определяется.
- Что называют «насыщенным раствором» и «пересыщенным раствором». Способы их приготовления.
- Понятия «точный» и «приблизительный» растворы. Способы приготовления.
- Долговременное и краткосрочное хранение растворов (точных и приблизительных; щелочей, кислот, солей).
- Докажите, что в любой реакции вещества реагируют в эквивалентных количествах.
- Водные и неводные растворы. Примеры. Растворители.
- Понятие «титр» раствора.
- Чему равна эквивалентная масса кислоты в реакции полного обмена. Пример.
- Чему равна эквивалентная масса основания в реакции полного обмена. Пример.
- Чему равна эквивалентная масса соли в реакции полного обмена. Пример.
- Чему равна эквивалентная масса кислоты в реакции неполного обмена. Пример.
- Чему равна эквивалентная масса основания в реакции неполного обмена. Пример.
- Чему равна эквивалентная масса соли в реакции неполного обмена. Пример.
- Чему равна эквивалентная масса вещества-участника окислительно-восстановительной реакции. Пример.
- Правила расчета и приготовления точных растворов.
- Понятие, способ расчета и приготовления процентных растворов.
- Понятие, способ расчета и приготовления молярных растворов.
- Понятие, способ расчета и приготовления нормальных растворов.
- Способ расчета молекулярной массы соединения по таблице Менделеева.

Типовые задачи на расчет растворов (решение должно содержать как расчет количества компонентов раствора, так описание процесса его приготовления):

- Приготовить 1 л 1,5 М раствора хлорида калия.
- Рассчитать и приготовить 50 г 8% раствора хлорида калия KCl.
- Рассчитать и приготовить 200 г 5% раствора сульфата меди из $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
- Приготовить 0,15 л 0,25 н раствора двузамещенного фосфата калия.
- Приготовить 0,3 литра 12%-ого истинного раствора сульфата марганца.
- Приготовить 0,5 г 3% водного раствора хлорида магния из шестиводного хлорида магния.
- Приготовить раствор фосфатов (0,8 л), состоящий из 75 мМ раствора однозамещенного фосфата калия, 90 мМ раствора двузамещенного фосфата натрия и 5 мМ раствора хлорида калия.
- Приготовить 0,3 л раствора серной кислоты 1:8.
- Приготовить 3 л 0,6 М точного раствора Na_2CO_3 .
- Рассчитать и приготовить 250 мл 0,02 н. раствора KCl по точно взятой навеске.
- Приготовить при комнатной температуре 1200 мл 7% раствора хлороводородной кислоты, исходя из имеющейся 12% кислоты плотностью 1,09. Плотность 7% кислоты при комнатной температуре равна 1,004.
- Как из раствора белка с известной концентрацией (2 мг/мл) приготовить ряд стандартных водных растворов (5 штук) для построения калибровочного графика.

Литература

1. Воскресенский П.И. Техника лабораторных работ. Л.:Химия, 1970.
2. Крищенко В.П. Техника лабораторных работ. М.: ВО «Агропромиздат», 1988.
3. Лениндже А. Основы биохимии. М.: Мир, 1985. – в 3-х т.
4. Любина А.Я. и др. Руководство к практическим занятиям по технике лабораторных работ. М.: Медицина, 1988.
5. Русин Г.Г. Физико-химические методы анализа в агрохимии. М.: ВО «Агропромиздат», 1990.
6. Сиянова Н.С., Неуструева С.Н. Методическое руководство для практикума по биохимии. Казань: Казанский государственный университет, 1999.
7. Темников Д.А. Использование оригинальных научных разработок при составлении электронных учебных пособий // Материалы IV

- Международной научно-практической конференции
 «Методы и алгоритмы прикладной математики в технике, медицине
 и экономике». Новочеркасск, 2004. - часть 3. - С.51.
8. Фрайфелдер Д. Физическая биохимия. М.: Мир, 1980.

	стр.
СОДЕРЖАНИЕ	стр.
Введение	3
Тема 1. Краткий курс выживания или «Это необходимо знать!»	4
Тема 2. Оформление результатов эксперимента или «Встречают по одежке...»	13
Тема 3. Реактивы или «Химическое «общество»	20
Тема 4. Растворы. Расчет растворов или «От теории к практике»	30
Вопросы к зачету	40
Литература	42
Приложения	43
- Международная система единиц;	
- Неотложная медицинская помощь в лаборатории;	
- Периодическая таблица химических элементов.	

Приложение I

Международная система единиц (система СИ)

В октябре 1960 г. XI Генеральная конференция по мерам и весам приняла Международную систему единиц СИ (SI) в качестве универсальной системы для всех отраслей науки и техники.

Основными единицами системы СИ приняты: метр, килограмм, секунда, градус Кельвина, ампер и свеча.

Метр (м) – единица длины. Он равен 1650763,73 длин волн в вакууме излучения, соответствующего переходу между уровнями 2p10 и 5d5 атома криптона 86.

Килограмм – (кг) – единица массы – представлен массой международного прототипа килограмма.

Секунда (сек) – единица времени – составляет $1/31\ 556925,9747$ часть тропического года для 1900 г. января 0 в 12 часов эфемеридного времени (так называют равномерно текущее время, входящее в уравнение динамики небесных тел).

Градус Кельвина ($^{\circ}\text{K}$) – единица измерения температуры по термодинамической температурной шкале, в которой для температуры тройной точки воды установлено значение $273,16^{\circ}\text{K}$. Кроме термодинамической температурной шкалы (основной) для практического применения предусматривается Международная практическая температурная шкала 1948 г., основанная на шести постоянных и воспроизводимых температурах фазового превращения, которым присвоены числовые значения, а также на формулах, устанавливающих соотношения между температурой и показаниями интерполяционных приборов. Температура по обеим шкалам (термодинамической и Международной практической) может быть выражена в градусах Кельвина ($^{\circ}\text{K}$) и в градусах Цельсия ($^{\circ}\text{C}$) в зависимости от начала отсчета (положения нуля) по шкале. Соотношения между градусами Кельвина (T) и Цельсия (t) по любой из этих шкал: $t = T - 273,15$.

Более крупные (кратные) и мелкие (дольные) единицы измерения по сравнению с приведенными в системе СИ следует образовывать путем их умножения или деления на степень числа 10, а их названия – прибавлением приставок к простым названиям. В таблице приведены приставки, применяемые для названия кратных и дольных единиц.

Приставки кратных единиц	Множитель, на который умножают единицы СИ	Обозначение		Приставки кратных единиц	Множитель, на который умножают единицы СИ	Обозначение	
		В РФ	В мире			В РФ	В мире
Тера	10^{12}	Т	Т	Деци	10^{-1}	д	d
Гига	10^9	Г	G	Санти	10^{-2}	с	c
Мега	10^6	М	M	Милли	10^{-3}	м	M
Кило	10^3	к	K	Микро	10^{-6}	мк	M
Гекто	10^2	г	H	Нано	10^{-9}	н	N
Дека	10	да	Da	Пико	10^{-12}	п	P

Неотложная медицинская помощь в лаборатории

В лабораториях бывают случаи, требующие неотложной медицинской помощи – порезы рук стеклом, ожоги горячими предметами, кислотами, щелочами, газообразными веществами и парами некоторых веществ. При особо серьезных случаях травм необходимо немедленно же обратиться к врачу и вызвать скорую помощь. Для оказания первой помощи во всех случаях в лаборатории всегда должны быть: 1) бинты, 2) гигроскопическая вата, 3) 3%-ный раствор йода, 4) 2%-ный раствор борной кислоты, 5) 2%-ный раствор уксусной кислоты, 6) 3-5%-ный раствор двууглекислого натрия (питьевой соды), 7) колloidий или клей БФ-6.

При ранениях стеклом нужно удалить его осколки из ранки (если они в ней остались) и, убедившись, что там их больше нет, смазать ранку йодом и перевязать пораненное место.

При термических ожогах первой и второй степени обожженное место можно присыпать двууглекислым натрием (питьевой содой). Хорошо помогают примочки из свежеприготовленных растворов питьевой соды (2%-ный) или марганцовокислого калия (5%-ный). При более тяжелых или обширных ожогах необходимо немедленно отправить пострадавшего к врачу.

При ожогах химическими веществами (главным образом кислотами и щелочами) пораженный участок кожи быстро промывают большим количеством воды. Затем на обожженное место накладывают примочку: при ожогах кислотой – из 2%-ного содового раствора, при ожогах щелочью – из слабого (слегка кислого на вкус) раствора уксусной кислоты.

При отравлении химикатами следует немедленно, до прибытия врача, оказать первую помощь (см. таблицу). Во всех случаях отравления следует немедленно вызвать врача или доставить пострадавшего в медпункт. В лаборатории полезно иметь специальные плакаты о мерах оказания помощи при несчастном случае. В техминимум работников лаборатории обязательно должны входить сведения о первой медицинской помощи и симптомах отравления наиболее часто применяемыми в данной лаборатории веществами.

Вещества, вызывающие отравления	Противоядие
<i>Жидкие и твердые вещества</i>	
Алкалоиды (кроме	Дать одну-две полные столовые ложки очищенного древесного

группы морфина)	угля или измельченного карболена на стакан воды. Вызвать рвоту.
Группа морфина	Бромистая камфора (0,5 г) или кордиамин (30 капель), крепкий чай или кофе. В случае необходимости следует делать искусственное дыхание и давать вдыхать кислород или карбоген – смесь кислорода с 6% двуокиси углерода
Альдегиды	Выпить стакан 0,2%-ного раствора аммиака, а через несколько минут – стакан молока.
Аммиак	Пить очень слабый раствор уксусной кислоты или лимонный сок. Вызвать рвоту. Дать растительное масло, молоко или яичный белок.
Соли бария	Вызвать рвоту. Дать слабительное: сернокислый магний или сернокислый натрий.
Бензол	При отравлении через пищевод вызвать рвоту. Дать слабительное, сделать искусственное дыхание и дать вдыхать кислород. Дать кофе.
Йод	Вызвать рвоту. Дать 1%-ный раствор серноватисто-кислого натрия, крахмальный клейстер, молоко.
Перманганаты	Дать воды. Вызвать рвоту. Дать молоко, яичный белок или крахмальный клейстер.
Минеральные кислоты	При отравлении через пищевод полоскать рот водой и 5%-ным раствором двууглекислого натрия. Дать молоко и взвесь окиси магния (10 г окиси магния в 150 мл воды), или известковую воду и растительное масло, или жидкое мучное тесто.
Мышьяк или сурьма	Вызвать рвоту. Дать слабительное — сернокислый магний, после чего в 300 мл воды растворить 100 г сернокислого окисного железа, добавить 20 г окиси магния, растертой в 300 мл воды, смесь сильно взболтать и давать пострадавшему по одной чайной ложке через 10—15 мин до прекращения рвоты.
Соединения цинка	Вызвать рвоту. Дать сырое яйцо в молоке.
Щавелевая кислота	Вызвать рвоту. Дать известковую воду, касторовое масло.
<i>Газообразные вещества (пары)</i>	
Аммиак	Чистый воздух, покой. При потере сознания – искусственное дыхание.
Ацетон	Чистый воздух. При потере сознания — искусственное дыхание
Бензол	Свежий воздух (избегать охлаждения), покой. Вдыхание кислорода.
Йод	Вдыхать водяные пары с примесью аммиака, глаза промыть 1%-ным раствором серноватисто-кислого натрия.
Окись углерода, ацетилен	Свежий воздух. Не допускать охлаждения тела. Если дыхание слабое или прерывистое, дать вдыхать кислород. Если дыхание остановилось, делать искусственное дыхание в сочетании с кислородом. Покой.
Сероводород	Чистый воздух, в тяжелых случаях – искусственное дыхание, кислород.
Ртуть	Внутрь яичный белок, касторовое масло.
Фенол	Чистый воздух, покой. Вызвать рвоту. Дать известковую воду, или взвесь окиси магния (15 г окиси магния на 100 мл воды, всего следует дать 500 мл по одной столовой ложке через каждые 5 мин), или разбавленный раствор марганцовокислого калия (1:4000). В тяжелых случаях дают 5%-ный раствор

	серноватисто-кислого натрия и для дыхания кислород
Хлороформ, спирты, снотворные, наркотические вещества	Дать или 0,03 г фенамина, или 0,1 г коразола, или 30 капель кордиамина, или 0,5 г бромистой камфоры. После этого дать крепкий чай или кофе. При необходимости делать искусственное дыхание и давать вдыхать кислород.
Соединения ртути	Немедленно дать три сырых яйца в молоке (около 1 л). Вызвать рвоту. Дать смесь состава: 1 г фосфорноватистокислого натрия, 5 мл 3%-ной перекиси водорода и 10 мл воды, считая, что указанные количества берутся на каждые 0,1 г хлорной ртути, попавшей в желудок.
Соединения серебра	Дать большое количество 10%-ного раствора хлористого натрия (поваренной соли).
Серная и соляная кислота (пары)	Свежий воздух, покой

Приложение 3. Периодическая таблица элементов

	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
	И						Х	
1	И						Х	
2	Li ЛИТИЙ	3 Be БЕРИОЛИЙ	4 B БОР	5 C УГЛЕРОД	6 N АЗОТ	7 O КИСЛОРОД	8 F ФТОР	9 Ne НЕОН
3	Na НАТРИЙ	11 Mg МАГНИЙ	12 Al АЛЮМИНИЙ	13 Si КРЕМНИЙ	14 P ФОСФОР	15 S СЕРА	16 Cl ХЛОРИД	17 Ar АРТОН
4	K КАЛИЙ	19 Ca КАЛЬЦИЙ	20 Sc СКАЛДИЙ	21 Ti ТИАН	22 V ВАНДАЙ	24 Cr ХРОМ	25 Mn МАРГАНЕЦ	26 Fe ЖЕЛЕЗО
5	Cu МОЛДЬЯВИЙ	29 Zn ЦИНК	30 Ga ГАДДИЙ	31 Ge ТЕРМАНИЙ	32 As МЫШЬЯК	33 Se СЕЛЕН	34 Br БРОМ	35 Kr КРИПТОН
6	Rb РУБИДИЙ	37 Sr СТРОНИЙ	38 Y ИТРИЙ	39 Zr ЦИРКОНИЙ	40 Nb НИОБИЙ	41 Mo МОЛИБДЕН	42 Tc ТЕХНЕЦИЙ	44 Ru РУБИДИЙ
7	Ag СЕРЕБРО	47 Cd КАДМИЙ	48 In ИНДИЙ	49 Sn ОЛГОВО	50 Sb СУРЬМА	51 Te ТЕЛУР	52 I ИОД	53 Xe КСЕНОН
8	Cs ЦЕЗIИЙ	55 Ba БАРИЙ	56 La* ЛАНТАН	57 Hf ГАФНИЙ	58 Ta ТАНТАЛ	59 W ВОЛЬФРАМ	74 Re РЕНИЙ	76 Os ОСМИЙ
9	Au ЗОЛОТО	79 Hg РУТЬ	80 Tl ТАДИНИЙ	81 Pb СВИНЦ	82 Bi ВИСМУТ	83 Po ПОЛОНИЙ	84 At АСТАТ	85 Rn РАДОН
10	Fr ФРАНЦИЙ	87 Ra РАДИЙ	88 Ac** АКТИНИЙ	89 Ku КУРЧАТОВИЙ	104 Ns [261]	105 Ns [269]		
ЛАНГАНОНОДЫ								
11	Ce ЦЕРМКИЙ	58 Pr ПРАЗЕДИУМ	59 Nd НЕОДИУМ	60 Pm ПРОМЕТИУМ	61 Sm САМARIУМ	63 Eu ЕВРОПИУМ	64 Gd ГАДОЛИНИЙ	65 Tb ТБАМ
12	Th ТОРНИЙ	90 Pa ПРОТОактиний	91 U УРАН	92 Np НЕПУТНИЙ	93 Pu ПУТОУНИЙ	94 Am АМЕРИЦИУМ	95 Cm БЕРКИНИУМ	96 Bk БЕРКИНИУМ
АКТИНОИДЫ								
13							98 Cf КАМФОРНЫЙ	99 Es ЭМПЕЛЕЙНО
14							100 Md ФЕРМИИ	101 No [259]
15							102 Lu [258]	103 Lr [256]
16							104 Тm [257]	105 Не [255]
17							106 Рt ПЛАТИНА	107 Рd ПАЛАДИЙ
18							108 Рt РАДИОН	109 Рd РАДИОН