**Тема 1: Нагревательные приборы, используемы в химической лаборатории, виды, область применения.**

Все лаборатории, будь то простенькие школьные или супероснащенные научно-исследовательские, нуждаются в оборудовании для нагревания, прокаливания, сушки, стерилизации, термостатирования и для многих других операций.

Классификация лабораторных нагревательных приборов

Нагревательное лабораторное оборудование и приборы можно разделить на группы ￼ по источнику питания:

— электрические (печи, шкафы, плитки);

— газовые (горелки и плитки);

— жидкостные (керосиновые и бензиновые горелки, спиртовки).

По назначению:

— электропечи;

— электрические и газовые плитки;

— колбонагреватели;

— бани;

— сушильные шкафы;

— термостаты;

— стерилизаторы;

— газовые, керосиновые и бензиновые горелки, спиртовки.

**Электрические плитки**

Электрические лабораторные плитки — самые простые (за исключением спиртовок) и самые распространенные нагревательные приборы в лабораториях. С их помощью нагревают реакционные сосуды, выпаривают растворы, высушивают или прокаливают образцы. Они находят применение в химических и физических, медицинских и биологических, учебных и исследовательских лабораториях.

В зависимости от потребностей, лабораторные электрические плитки оснащаются платформами разного размера, некоторые модели предусматривают возможность одновременного нагрева большого количества химической лабораторной посуды.

Для того чтобы плитка прослужила долго, ее корпус изготавливается из химически стойкого материала, а элементы контроля выводятся на некотором расстоянии от платформы. Внешняя поверхность нагревающей платформы выполняется из материалов, способных длительное время противостоять пролитым горячим агрессивным химическим веществам. Это может быть керамика и стеклокерамика, фторопласт, дюралюминий.

**Колбонагреватели**

Для нагревания стеклянных круглодонных колб выпускаются специальные колбонагреватели, в которых нагревание сосуда происходит вдоль искривленной поверхности углубления под сосуд. Некоторые модели рассчитываются на работу с колбами определенного диаметра, другие могут нагревать колбы нескольких типоразмеров. Еще есть многоместные приборы для нескольких емкостей.

Нагревательный элемент, как правило, полностью погружен в керамику. Для удобства эксплуатации, в корпусе прибора часто предусматривается отверстие для установки штатива.

**Бани**

В лабораторной практике весьма востребованы различные бани: водяные, масляные, песочные. Они позволяет очень аккуратно и медленно нагревать реакционные сосуды, выпарные и кристаллизационные чашки, поддерживать температурный режим в сосуде на определенном уровне в течение длительного времени. Бани выпускаются одноместные и многоместные, с разными видами теплоносителей, от которых зависит максимальная температура нагрева.

Современные нагревательное лабораторное оборудование, как правило, оснащается температурным контроллером, позволяющим нагревать вещества с заданной скоростью и строго до определенной температуры, а также индикацией температуры и автоматическим отключением при перегреве.

Печи. Для получения температуры 600-1000°С применяется электрическая печь — муфельная. Муфельная печь состоит из четырехугольного каркаса, открытого с одной стороны, изготовленного из огнеупорной глины или другого огнеупорного материала. Каркас снаружи обмотан проволокой с высоким сопротивлением для нагревания и изолирован асбестом. Каркас заключен в металлическую оболочку с дверкой также из огнеупорного материала. С помощью особого регулировочного устройства печь может нагреваться в определенных интервалах температур. Подключают муфельную печь в осветительную сеть. Перед этим следует проверить, соответствует ли напряжение сети напряжению, указанному на подводящих клеммах печи.

**Горелки.** Спиртовые горелки обычно бывают стеклянные с притертым колпачком. В них наливают денатурированный спирт и снабжают фитилем из некрученых ниток. Спиртовые горелки дают не очень горячее пламя. После окончания работы горелку закрывают колпачком, чтобы спирт не испарялся.

Также используются газовые горелки. Наиболее часто применяют газовые горелки Бунзена и Теклю.

**Сушильный шкаф.** Основное предназначение сушильного шкафа — сушить определенные предметы. Во время проведения лабораторных исследований возникает необходимость быстро высушить посуду или другие компоненты, нужные для анализа.

Особенность данного изделия состоит в том, что оно обладает точными настройками температуры. Именно поэтому сушильный шкаф также предназначен для хранения образцов, требующих определенного температурного режима. Кроме того, стерилизация – одна из основных функций таких приспособлений. Изделие применяется для операций, основанных на использовании термических процедур.

Кроме перечисленных функций, сушильный лабораторный шкаф имеет следующее предназначение:

обрабатывает порошковые продукты повышенной влажности;

подготавливает материалы для испытания металлов, керамики и стекла;

термически обрабатывает пластмассу;

стерилизует инструменты, что актуально для медицинских лабораторий;

подготавливает образцы и пробы для фармацевтических, химических исследований.

**Тема 2: Неспектральные оптические методы.**

В последние годы все более широкое применение получают инструментальные метода анализа, обладающие многими достоинствами: быстротой, высокой чувствительностью, возможностью одновременного определения нескольких компонентов, сочетания нескольких методов, автоматизации и использования компьютеров для обработки результатов анализа. Как правило, в инструментальных методах анализа применяются сенсоры (датчики), и, прежде всего, химические сенсоры, которые дают информацию о составе среды, в которой они находятся. Сенсоры связаны с системой накопления и автоматической обработки информации.

**Рефрактометрия**

Рефрактометрия (от лат. refractus - преломленный и греч. metreo - измеряю) - это метод исследования веществ, основанный на определении показателя (коэффициента) преломления (рефракции) и некоторых его функций. Рефрактометрия (рефрактометрический метод) применяется для идентификации химических соединений, количественного и структурного анализа, определения физико-химических параметров веществ.

Показатель преломления (n), представляет собой отношение скоростей света в граничащих средах. Для жидкостей и твердых тел (n) обычно определяют относительно воздуха, а для газов - относительно вакуума. Значения (n) зависят от длины волны (l) света и температуры.

Влияние температуры на показатель преломления определяется двумя факторами: изменением количества частиц жидкости в единице объема и зависимостью поляризуемости молекул от температуры. Второй фактор становится существенным лишь при очень большом изменении температуры.

Метод рефракции в пищевой промышленности применяется для определения: массовой доли воды в меде; содержания жиров; сахаристости фруктов и овощей; содержания водорастворимых экстрактивных веществ в кофе, чае, безалкогольных напитках, сахаров - в ликероводочных изделиях, винах, коньяках. Также его используют при исследовании томатопродуктов, варенья, джемов, соков и других продуктов.

**Поляриметрия** – оптический неспектральный метод анализа, основанный на вращении плоскополяризованного монохроматического луча света оптически активными веществами. Метод предназначен для определения только оптически активных веществ, способных вращать плоскость поляризации света.

Величину отклонения плоскости поляризации от начального положения, выраженную в угловых градусах, называют углом вращения и обозначают греческой буквой а.

При прохождении поляризованного света через оптически активное вещество происходит поворот плоскости поляризации на некоторый угол, называемый углом вращения плоскости поляризации (a). Этот угол зависит от природы оптически активного вещества и растворителя, концентрации и толщины слоя раствора. Такая зависимость описывается законом Био:

a = aуд · l · с,

где aуд – удельное вращение плоскости поляризации света; l – толщина слоя раствора (длина поляриметрической трубки), дм; с – концентрация вещества в растворе, г/см3.

Количественный анализ проводят одним из методов:

Метод градуировочного графика. Для серии стандартных растворов измеряют угол вращения плоскополяризованного света и строят график в координатах α =f (с). График линеен и проходит через начало координат.

По закону Био можно рассчитать концентрацию вещества в растворе, измерив угол вращения плоскости поляризации света и зная удельное вращение вещества.

Поляриметр (полярископ, — только для наблюдения) — прибор, предназначенный для измерения угла вращения плоскости поляризации, вызванной оптической активностью прозрачных сред, растворов (сахарометрия) и жидкостей. В широком смысле поляриметр — это прибор, измеряющий параметры поляризации частично поляризованного излучения.

Устройство поляриметра:

Поскольку существует масса различных областей применения, то конструкции поляриметров могут отличаться, но ключевые элементы одинаковы.

Источник света — чаще это натриевая лампа или лампа накаливания с тепловым экраном для защиты образца от инфракрасного излучения (для твердых деталей важно избегать термических деформаций, для жидкостей — градиента плотности) и матовым стеклом, дающим равномерную засветку наблюдаемой области.

Светофильтр — элемент, выделяющий определенную область в спектре, так как во многих поляриметрах используется монохроматический свет. Таким элементом может быть пластина из фильтрующего вещества или призма.

Двух поляризаторов расположенных по обе стороны от анализируемого образца/системы (часто один из них это поляроид, а второй либо поляроид, либо призма Николя). В случаях, когда исследуется как поляризуется объектом естественный свет, либо объект сильно удалён (например, в космосе), достаточно и одного поляризатора.

Компенсаторов — фазовых пластинок, которые имеют толщину обычно кратную четверти или половине длины волны, для подбора метода измерений. Существуют также бескомпенсаторный схемы поляриметров, в которых по ряду причин фазовые пластины могут отсутствовать. Ограничение спектра — основная из причин отказа от компенсатора в схеме.

Измерительное устройство углового положения как поляризаторов, так и компенсатора — лимб или электронный датчик.

Фотоприёмник или наблюдатель.

Применяется для изучения структуры и свойств вещества. Имеет прикладное применение в лабораториях пищевой, химической промышленности и других отраслях науки и производства для определения концентрации растворов оптически активных веществ, таких как сахар, глюкоза, белок, по углу вращения плоскости поляризации. Также позволяет наблюдать и измерить остаточные напряжения в стекле.

**Нефелометрия** - метод количественного анализа, основанный на измерении интенсивности света, рассеянного частицами мутной среды. Мутные среды образуют суспензии, эмульсии, коллоидные растворы.

Измерение интенсивности рассеянного света (степени мутности) производят обычно при помощи нефелометров. Светорассеяние наблюдают в направлении, перпендикулярном световому потоку, проходящему через исследуемую жидкость. В определенных условиях интенсивность рассеянного света пропорциональна числу взвешенных частиц, а следовательно, и общей массе их в единице объема мутной среды. Метод анализа, основанный на измерении ослабления интенсивности светового потока при прохождении его через мутную среду, называют турбидиметрией.

Нефелометрию широко используют для анализа воды, ряда пищевых продуктов, лекарственных веществ, а также жидкостей и тканей организмов.

**Микроскопия -** метод зрительного исследования мелких объектов при увеличениях от нескольких десятков до сотен тысяч раз. Для современной микроскопии доступны практически все тела размерами от 0,2 до 0,0000002 мм. Различают световую и электронную микроскопию. Световая микроскопия обеспечивает полезное увеличение до 2-3 тыс. раз, цветное и подвижное изображение живого объекта - возможность микрокиносъемки и длительного наблюдения одного и того же объекта, оценку его динамики и химизма. Она незаменима в диагностических и исследовательских работах, повседневно необходима в практической медицине.

Электронная микроскопия позволяет работать при увеличениях до многих сотен тысяч раз, но только с высушенными, убитыми или не жизнедеятельными объектами. Ее научное значение исключительно велико, применение же в практических, в том числе диагностических, целях возможно, но пока не разработано. Общим как у световой, так и электронной микроскопии остается описание форм по увеличенному изображению объекта и сопоставление форм с различными функциональными, химическими и иными свойствами.

Разрешающая способность и контраст - основные характеристики любого микроскопа. Разрешающая способность количественно выражается минимальным расстоянием, на котором находятся две точки, демонстрируемые микроскопом раздельно (минимальное разрешаемое расстояние, или разрешение). Разрешение человеческого глаза в режиме наилучшего видения равно 0,2 мм. Изображения двух точек, расположенных одна к другой ближе 0,2 мм, сливаются, и невооруженный глаз обнаруживает вместо двух точек какую-то иную фигуру (изображение геометрически не соответствует реальному объекту). Такая же ошибка возникает в любом оптическом приборе, строящем неразрешенное изображение. Увидеть неразрешенный объект можно только при условии, что он светится значительно ярче, чем фон (типичный пример неразрешенного изображения - звезды на ночном небе). Такой объект независимо от его реальной формы выглядит как яркая точка. Для неразрешенного объекта любое увеличение является бесполезным, так как ни при каких условиях его реальная форма и детали не могут быть изображены и рассмотрены. Разрешение светового микроскопа достигает 0,0002 мм. Следовательно, при его помощи можно достичь полезного увеличения в 1000-2000 раз. Наиболее опытные микроскописты, применяя лучшие средства повышения контраста, получают хорошие микрофотографии при увеличениях порядка 3000-4000 раз. Этим и исчерпываются возможности полезного увеличения светового микроскопа.

Контраст изображения определяется различием яркостей фона и изображения. Если яркости различаются менее чем на 3-4%, их различие не может быть уловлено ни глазом, ни фотопластинкой; изображение останется невидимым, даже если микроскоп разрешает его детали. Контраст зависит как от свойств объекта, изменяющих световой поток по сравнению с фоном, так и от способности оптики уловить возникающие различия в свойствах луча.

Естественные пределы возможностей светового микроскопа обусловлены волновой природой света. Конструкции современных микроскопов отработаны настолько хорошо, что верхние пределы их технических возможностей почти совпадают с этими естественными, физическими границами.

**Колориметрический метод** является одним из возможных способов для количественного определения присутствия различных веществ в растворах. Речь идет о тех веществах, которые способны давать окрашенные растворы или в результате той или иной реакции превращаться в окрашенные соединения непосредственно в растворе.

Основой колориметрического метода определения служит фотометрическое сравнение густоты окраски изучаемого раствора, который исследуется в пропущенном свете, с окраской нормального раствора, где красящее вещество присутствует в заранее известных количествах.

Этот принцип заложен в работе колориметра – специального аппарата, предназначенного для измерения цвета, оптической плотности, а также светопропускания растворов. Кроме того, такой прибор способен проводить сравнения интенсивности окраски того или иного раствора с необходимым стандартом.

Применение колориметров в пищевой промышленности

При измерении цвета майонеза, измерении цвета упаковки для продуктов питания, измерение цвета муки, измерение цвета макаронных изделий широко применяются колориметры. Для измерения и контроля цвета муки и макаронных изделий следует применять приборы с большой апертурой. Колориметры могут применяться для контроля цвета при производстве хлебобулочных изделий, печенья, шоколада.

**Тема 3: Полярография и вольтамперометрический метод анализа.**

Электрохимические методы, использующие зависимость силы тока, протекающего через раствор, от предложенного к электродам напряжения, называют вольтамперометрическими. Исторически первым таким методом стала полярография - вольтамперометрический метод, в котором рабочим является ртутный капающий электрод. Полярография создана в 1922 г. чешским ученым Ярославом Гейровским и завоевала особую популярность в 1930-е гг. Позднее возникли и другие вольтамперометрические методы, более чувствительные и более селективные. Классическую полярографию в аналитических лабораториях теперь используют реже, чем новые методы, но вольтамперометрические методы в целом легче понять именно на примере полярографии.

Полярографический метод анализа основан на использовании концентрационной поляризации, возникающей в процессе электролиза, на электроде с малой поверхностью.

По характерной кривой, показывающей изменение силы тока в процессе электролиза в зависимости от приложенного напряжения, можно с достаточной точностью определить качественный и количественный состав анализируемого вещества. Кривая силы тока в момент восстановления анализируемого иона поднимается резко вверх, образуя так называемую полярографическую волну. По расположению этой волны можно судить о качественном составе электролита; по высоте волны — о концентрации восстанавливающегося иона.

Полярографический метод дает возможность определять примеси металлов, содержащиеся в технических образцах в количестве порядка 0,001%, с точностью в среднем до 1%.

Отличительными особенностями полярографического метода анализа являются:

1. Быстрота аналитического определения, не превышающая нескольких минут.

2. Большая чувствительность, позволяющая вести аналитические определения очень малых количеств исследуемого вещества.

3. Независимость результатов определений от индивидуальных особенностей экспериментатора, так как о них судят по объективным показаниям чувствительного гальванометра.

4. Возможность одновременно вести определение нескольких элементов, не прибегая к предварительному их разделению.

Основы метода. Если приложить разность потенциалов к электродам, опущенным в раствор электролита, и постепенно увеличивать эту разность потенциалов, то вначале ток через раствор протекать почти не будет. При увеличении разности потенциалов до величины, достаточной для разложения электролита, сила тока резко возрастает. Эту величину разности потенциалов называют потенциалом разложения.

Если взять один из электродов с малой поверхностью (обычно применяют капельный ртутный катод), другой — с большой поверхностью, то при пропускании через раствор постоянного электрического тока основное изменение концентрации будет наблюдаться у электрода с малой поверхностью. Такое явление обусловлено большой силой тока, приходящейся в процессе электролиза на единицу поверхности малого электрода, т. е. высокой плотностью тока на электроде.

По мере повышения разности потенциалов между электродами увеличивается сила тока, протекающего через раствор, и плотность тока на малом электроде. При этом скорость обеднения раствора восстанавливающимися ионами в непосредственной близости к поверхности малого электрода также возрастает.

Постепенное повышение напряжения и связанное с этим возрастание плотности тока на малом электроде приводит в конечном итоге к такому моменту, когда все движущиеся к катоду ионы успевают разрядиться. Приэлектродный слой пополняется ионами из раствора медленнее, чем протекает процесс разрядки на поверхности электрода. В этом случае дальнейшее повышение разности потенциалов не вызывает заметного возрастания силы тока, протекающего через раствор.

Полярография используется для определения малых количеств неорганических и органических веществ. Разработаны тысячи методик количественного полярографического анализа. Предложены способы полярографического определения практически всех катионов металлов, ряда анионов (бромат-, иодат-, нитрат-, перманганат-ионов), органических соединений различных классов, содержащих диазогруппы. Карбонильные, пероксидные, эпоксидные группы, двойные углерод-углеродные связи, а также связи углерод-галоген, азот-кислород, сера-сера.

Метод - фармакопейный, применяется для определения салициловой кислоты, норсульфазола, витамина В1, алкалоидов, фолиевой кислоты, келлина в порошке и в таблетках, никотинамида, пиридоксина гидрохлорида, препаратов мышьяка, гликозидов сердечного действия, а также кислорода и различных примесей в фармацевтических препаратах.

**Достоинства:** Метод обладает высокой чувствительностью; селективностью; сравнительно хорошей воспроизводимостью результатов; широким диапазоном применения; позволяет анализировать смеси веществ без их разделения, окрашенные растворы, небольшие объемы растворов (объем полярографической ячейки может составлять всего 1 мл); вести анализ в потоке раствора; автоматизировать проведение анализа.

**К недостаткам** метода относятся токсичность ртути, ее довольно легкая окисляемость в присутствии веществ-окислителей, относительная сложность используемой аппаратуры. 