

## Лабораторная 2.

2 часа

### Лабораторная химическая посуда и приборы.

#### 1. Химическая посуда, используемая в анализе.

Химическую посуду, предназначенную для работы в аналитической лаборатории, можно условно разделить на две группы: посуда общего назначения и посуда специального назначения. К *посуде общего назначения* относят ту, которая обязательно присутствует в лаборатории и без которой нельзя провести многие работы по анализу. Это – пробирки, стаканы, колбы, воронки простые и делительные, колбы Бунзена и Эрленмейера (конические), холодильники и др. К *посуде специального назначения* относят: аппарат Киппа, склянки Тищенко, дефлегматоры, пикнометры, ареометры, приборы для определения температур плавления и кипения и др. К *мерной посуде* относят: мерные цилиндры, пипетки и бюретки, мерные колбы.

*Аппарат Киппа* (рис. 1) – прибор для получения газов. Разборку, промывку и зарядку аппарата Киппа производят под тягой.



Рис. 1 – Аппарат Киппа.

*Ареометры* (рис. 2) – приборы для определения плотности жидкости. Различают ареометры для жидкости легче воды и для жидкости тяжелее воды. У ареометров первого типа отсчёт шкалы производится от 1,000 до 0,700, а у ареометров второго типа – от 1,000 и выше. Измерения плотности ареометром проводят при 20 °С.

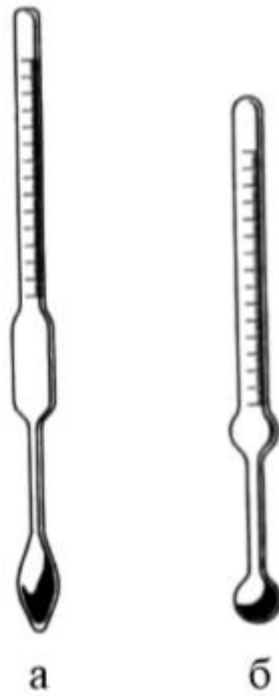


Рис. 2 – Ареометры для определения плотности жидкости легче воды (а) и жидкости тяжелее воды (б).

*Бюретки* (рис. 3) служат для измерения объёма выливаемой жидкости.

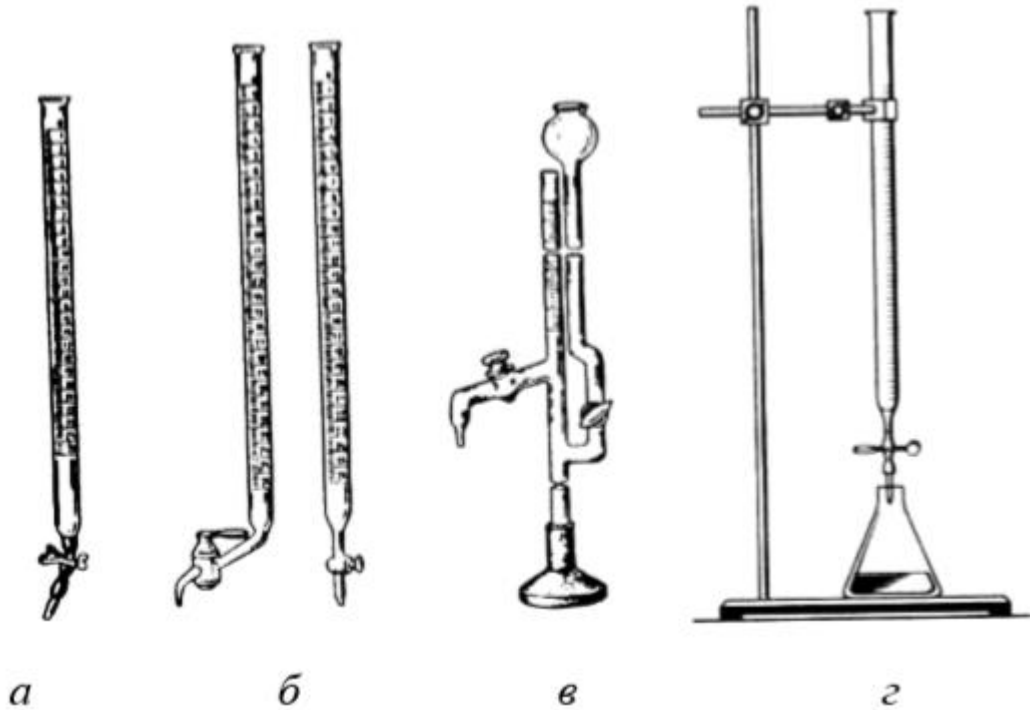


Рис. 3 – Бюретки: а – с зажимом Мора, б – с краном, в – микробюретка, г – крепление бюретки для титрования.

Бюретки могут быть со стеклянным краном и без крана (с зажимом или специальным шариковым запором). Наиболее часто применяются бюретки на 25 и 50 мл. Деления бюретки соответствуют миллилитрам и их десятым долям. В лабораторной практике бюретки в основном используются для титрования. Крепление бюретки для титрования изображено на рис. 3, г.

*Бюксы стеклянные* (рис. 4) с притёртыми крышками служат для взвешивания твёрдых и жидких веществ, а также для их хранения.



Рис. 4 – Бюксы стеклянные.

*Воронки стеклянные* (рис. 5) простые с длинной ножкой (а) служат для переливания жидкостей и фильтрования, а воронки с короткой широкой ножкой (б) – для пересыпания порошкообразных веществ. При необходимости разделения несмешивающихся жидкостей используют делительные воронки (в), которые представляют собой толстостенные цилиндры, на короткой ножке которых расположен кран. Верхняя часть воронки закрывается пробкой.

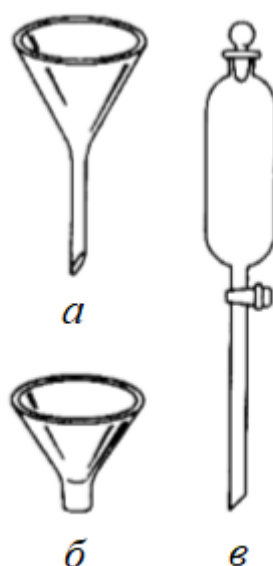


Рис. 5 – Воронки стеклянные: а – с длинной ножкой, б – с короткой широкой ножкой, в – делительная воронка.

*Дефлегматоры* (рис. 6) применяют для более тщательной фракционной перегонки. В верхнее отверстие дефлегматора вставляют термометр, а с помощью отводной трубки (в верхней части) дефлегматор соединяют с холодильником.

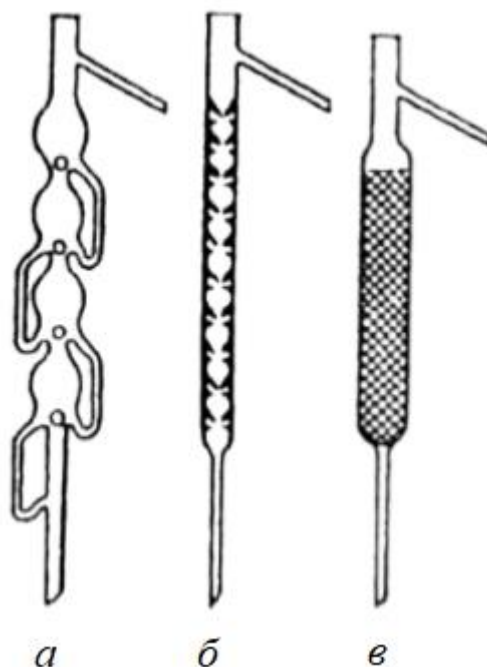


Рис. 6 – Дефлегматоры:  
*а* – шариковый, *б* – «ёлочка», *в* – с насадкой.

*Капельницы* (рис. 7) используют в основном для хранения индикаторов, а также для отмеривания жидкостей каплями.

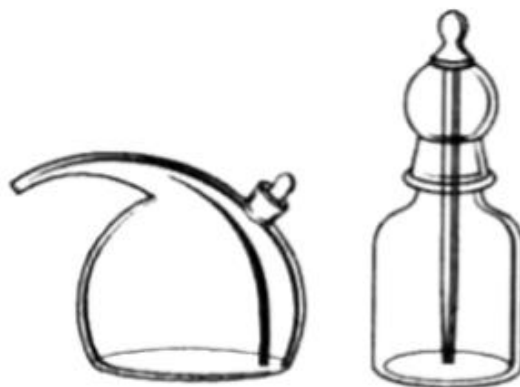


Рис. 7 – Капельницы.

*Колбы конические Эрленмейера* (рис. 8). Часто применяют при титровании. Конические колбы бывают различной вместимости. Нагревают содержимое в них только через асбестированную сетку или на бане.



Рис. 8 – Колбы конические Эрленмейера.

*Колбы мерные* (рис. 9) используют для приготовления растворов точной концентрации. Они имеют удлиненную узкую шейку, на которой нанесена кольцевая черта, показывающая уровень наполнения. В отличие от бюреток и пипеток мерные колбы рассчитаны обычно не на выливание, а на вливание определенного объема жидкости. Для количественного анализа наиболее часто используют мерные колбы вместимостью 50; 100; 200; 250; 500 и 1000 мл.

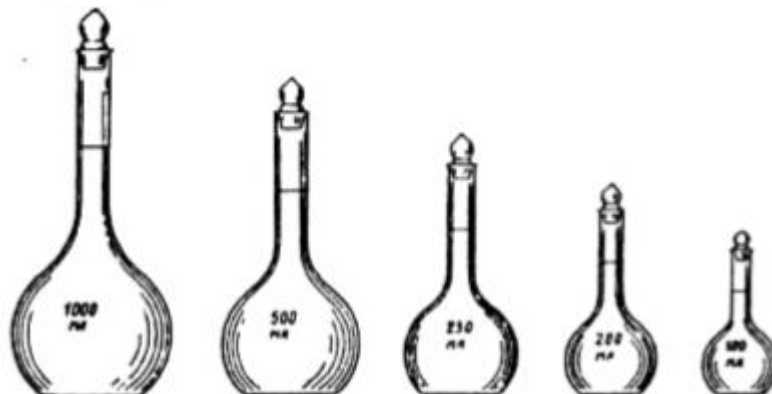


Рис. 9 – Колбы мерные.

*Колбы для отсасывания (Бунзена) и воронки для фильтрования (Бюхнера)* (рис. 10). Колба Бунзена – толстостенная колба конической формы с отростком в верхней части (для соединения с вакуумным насосом), служит для фильтрования при пониженном давлении. Фарфоровые воронки Бюхнера имеют дырчатое дно, на которое укладывают влажный фильтр, закрывающий все отверстия на дне воронки.

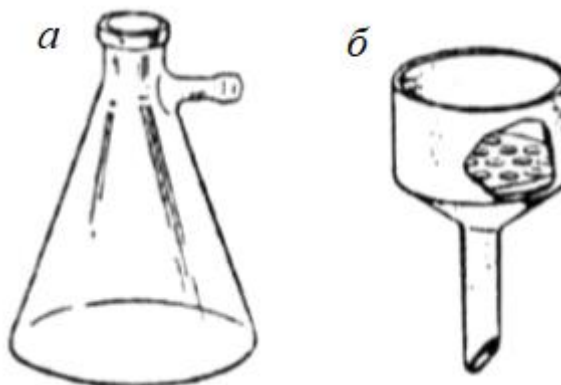


Рис. 10 – Колбы Бунзена для отсасывания (а) и воронка Бюхнера для фильтрования (б).

*Колбы химические* (рис. 11) бывают круглодонные и плоскодонные. Последние широко используются в аналитической практике. Служат для хранения жидких реактивов и растворов. Круглодонные колбы применяют для нагревания жидкостей и растворов.

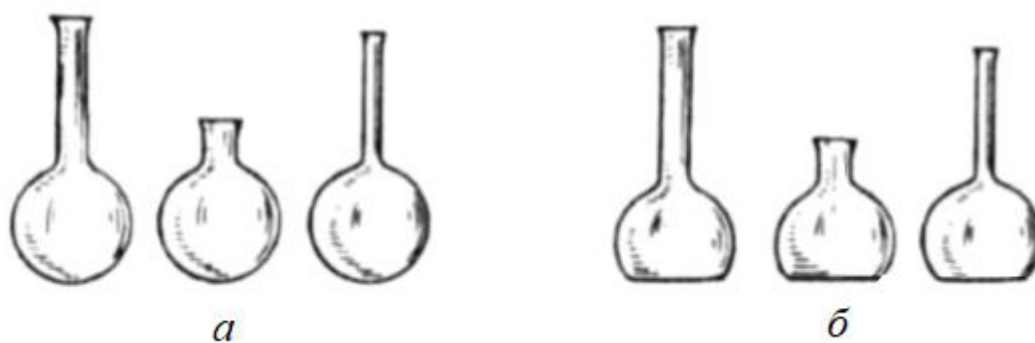


Рис. 11 – Колбы химические:  
*a* – круглодонные, *б* – плоскодонные.

*Пробирки* (рис. 12). Обычно применяют стеклянные цилиндрические и конические пробирки вместимостью 2 – 5 мл. Цилиндрические пробирки используют для проведения качественных реакций, а конические – для реакций осаждения (разделение ионов и отделение раствора от осадка центрифугированием). Для хранения пробирок служат штативы.



Рис. 12 – Пробирки: *a* – конусные, *б* – круглодонные.

*Пипетки простые* (рис. 13) представляют собой стеклянные трубки диаметром 4 ÷ 5 мм и длиной 25 ÷ 40 мм. На один конец трубки одевают резиновый баллончик, а другой конец оттягивают до образования капилляра и слегка оплавливают его конец. Такие капиллярные пипетки применяют для отбора проб анализируемых растворов, отделения центрифугата от осадков, внесения реактивов и т.д. Для этих целей пригодны и обычные медицинские пипетки.

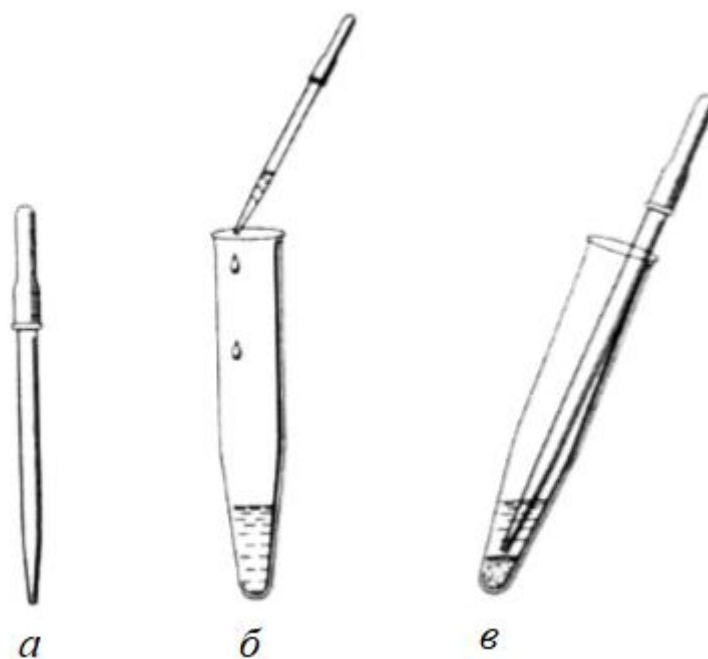


Рис. 13 – Пипетки простые:

*a* – капиллярная пипетка с резиновым баллончиком,  
*б* – положение пипетки при прибавлении реактива,  
*в* – отделение центрифугата от осадка.

*Посуда фарфоровая* (рис. 14) используется для выпаривания жидкостей (стаканы, чашки), для фильтрования растворов (воронки), для измельчения образцов (ступка с пестиком), для прокаливания веществ (тигли).

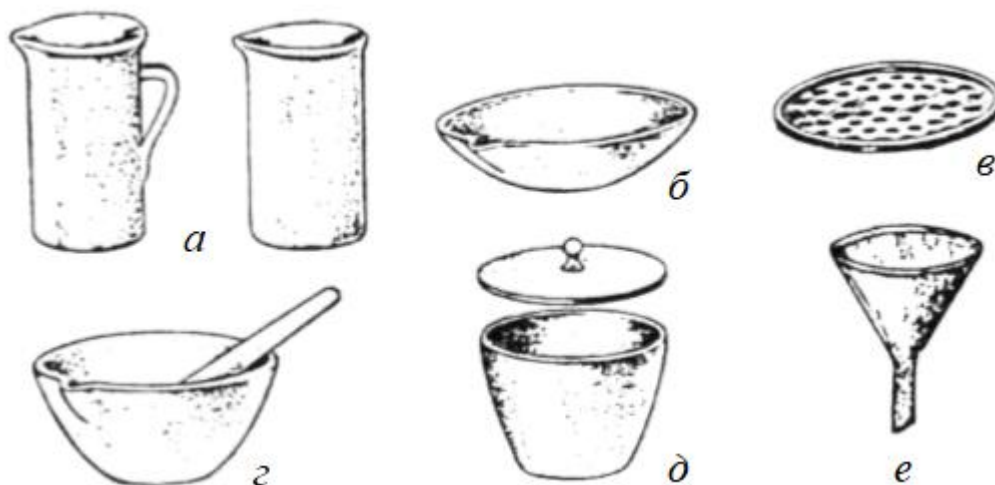


Рис. 14 – Посуда фарфоровая:

*a* – стаканы, *б* – чашка для выпаривания жидкости,  
*в* – сетка для фильтрования, *г* – ступка с пестиком,  
*д* – тигель, *е* – воронка.

*Пипетки мерные* (градуированные пипетки и пипетки Мора) длинные узкие трубки с расширением в середине (рис. 15). На узкой верхней части имеется специальная метка. Мерные пипетки служат для отбора точно отмеренного объёма раствора (жидкости). Для этого оттянутый (нижний) конец пипетки

глубоко погружают в жидкость и через верхний конец с помощью груши осторожно засасывают раствор. При этом нужно добиться, чтобы раствор заполнил пипетку выше метки приблизительно на 2 – 3 мм. Затем быстро закрывают верхнее отверстие пипетки пальцем и вынимают ее из жидкости. Осторожно манипулируя пальцем, выпускают лишнюю жидкость до тех пор, пока нижний край мениска не достигнет метки. Потом палец снова прижимают к отверстию. Наполненную таким образом пипетку переносят в другой сосуд, открывают верхнее отверстие и дают жидкости стечь. В лабораторной практике чаще всего используют пипетки Мора вместимостью 10; 20; 25 и 50 мл. Особая точность достигается с помощью микропипеток.

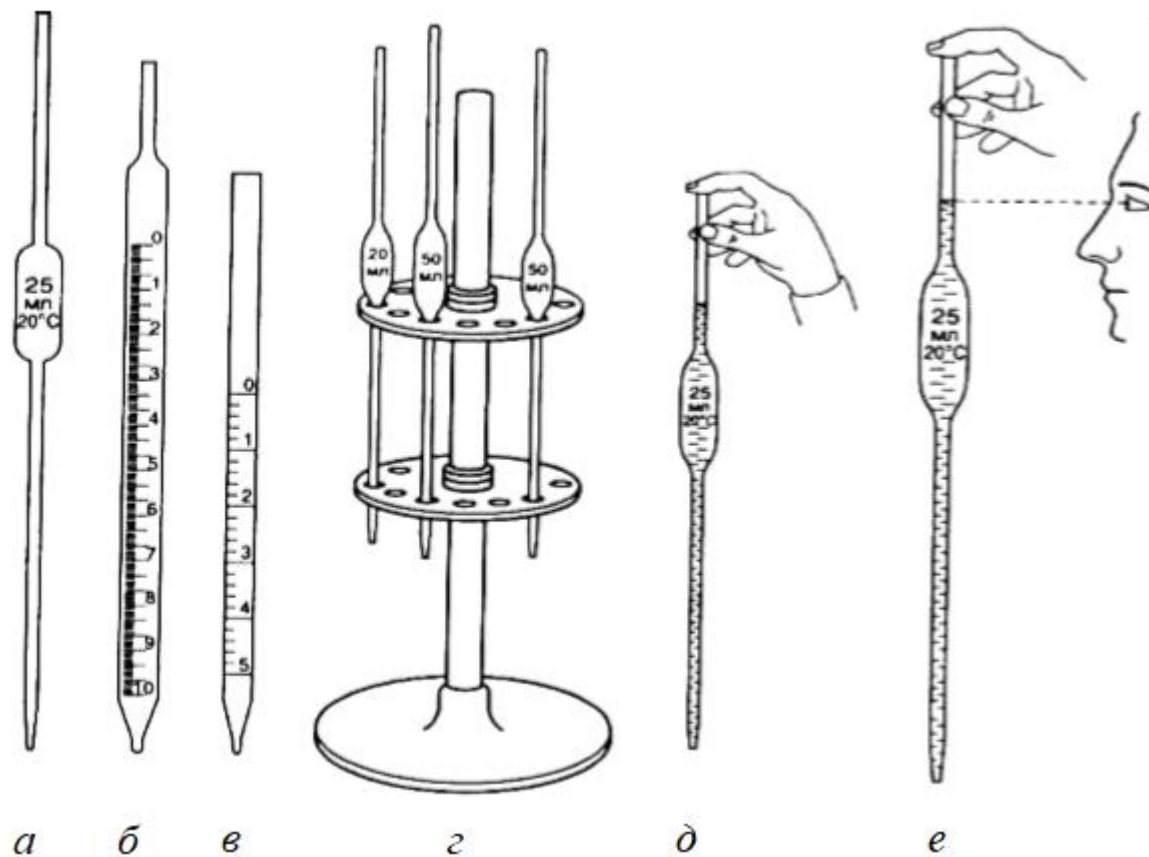


Рис. 15 – Пипетки мерные, (градуированные пипетки и пипетки Мора):  
*а* – пипетка Мора, *б* – градуированная пипетка, *в* – микропипетка,  
*г* – штатив для мерных пипеток, *д* – заполнение пипетки Мора жидкостью,  
*е* – определение отмеренного объема жидкости.

*Пикнометр Оствальда* (рис. 16) – прибор для определения относительной плотности. Он состоит из трёх частей: «носик», шарик и «хвостик» с меткой. При помощи груши, присоединённой к «хвостик», через «носик» осторожно всасывают исследуемую жидкость (несколько выше метки). В течение 10 – 15 мин. пикнометр термостатируют при 20 °С. Избыток жидкости убирают кусочком фильтровальной бумаги, прикасаясь к «носику» пикнометра. Пикнометр тщательно вытирают снаружи и взвешивают на аналитических весах. Ту же операцию проводят с дистиллированной водой.



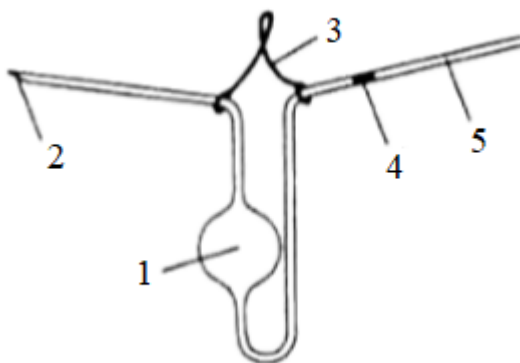


Рис. 16 – Пикнометр Оствальда:

1 – шарик, 2 – «носик», 3 – проволочная петля, 4 – метка, 5 – «хвостик».

*Промывалка* (рис. 17) применяется для споласкивания лабораторной посуды дистиллированной водой, для добавления дистиллированной воды к раствору, промывания осадков и т.д.



Рис. 17 – Промывалка.

*Приспособления для ускоренного микрофилтрования* (рис. 18) состоит из трёх частей: толстостенной пробирки с отводом для создания вакуума, воронки и «гвоздика», который опускается стержнем в воронку. На его шляпку накладывается фильтр, вырезанный в виде кружка. Диаметр фильтра немного больше шляпки «гвоздика». Перед фильтрованием кружок фильтра смачивают водой.

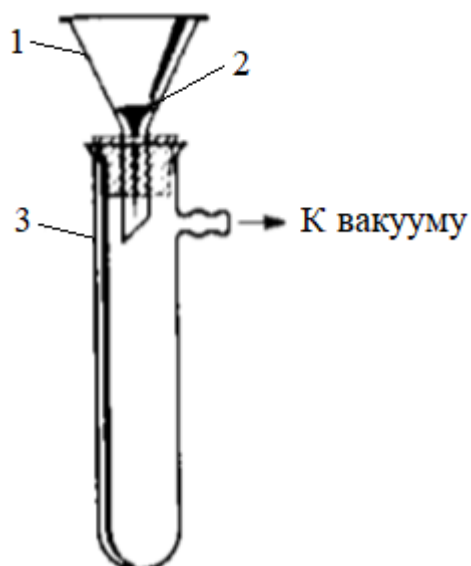


Рис. 18 – Приспособления для ускоренного микрофилтрования:  
1 – воронка, 2 – «гвоздик» с фильтром, 3 – толстостенная колба.

*Реактивная* (от слова реактив) *склянка с пипеткой* (рис. 19) служит ёмкостью для растворов реагентов. Обычно для этой цели используют чистые флаконы из-под пенициллина (ёмкостью 10 – 15 мл), которые закрываются пробкой – пипеткой. На реактивную склянку наклеивают этикетку с названием реактива.



Рис. 19 – Реактивная склянка с пипеткой.

*Стеклянные палочки* для перемешивания (рис. 20). Обычная длина таких палочек 15 – 20 см, диаметр около 4 мм. На конце, который немного оттянут, имеется небольшой шарик. Часто на конец палочки надевают кусочек резиновой трубки.



Рис. 20 – Стеклянные палочки.

*Склянки промывные* (рис. 21) применяют для осушки, очистки или улавливания некоторых газов. Наиболее часто используют склянки Тищенко и Дрекслея. Заполняют их серной кислотой или концентрированным раствором щёлочи.

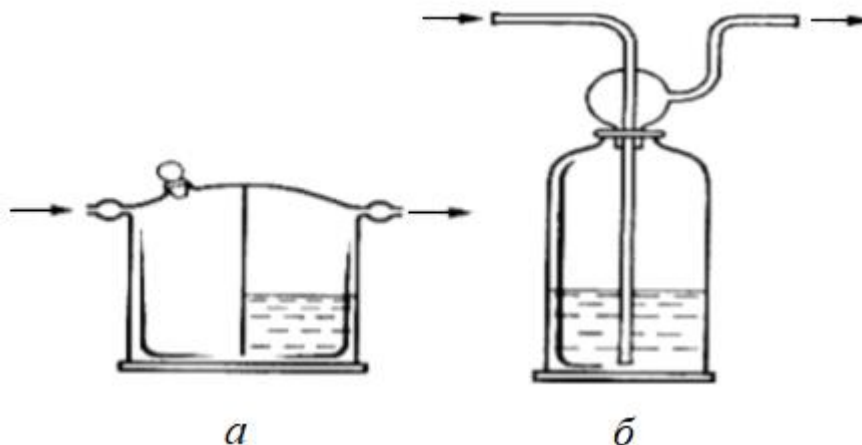


Рис. 21 – Склянки промывные:  
*а* – склянка Тищенко, *б* – склянка Дрекслея.

*Стаканы химические* (рис. 22) обычно изготавливаются из термостойкого стекла. Они отличаются различной вместимостью (от 50 до 1000 мл).



Рис. 22 – Стакан химический.

*Термометры* (рис. 23). Без них не обходится ни одна химическая лаборатория. Чаще всего используют ртутные термометры, представляющие собой стеклянные капилляры, имеющие на конце резервуар для ртути. Капилляр находится в центре полой стеклянной трубки и лежит на фарфоровой пластинке, на которую нанесена шкала в градусах Цельсия. Обычные химические термометры позволяют измерять температуру от  $-30$  до  $360$  °С. Наиболее распространены термометры со шкалой в 100, 150, 200, 250, 300 и 360 °С. Для очень точных измерений температур (определение температур плавления и кипения) применяют специальные термометры («нормальные»), имеющие цену деления  $0,01$  °С; согласно ГОСТ 13646-68 «Термометры стеклянные ртутные для точных измерений» имеется группа термометров I в составе пятнадцати номеров термометров: 1-й с диапазоном измерения  $-0 \div 4$  °С, 15-й –  $56 \div 60$  °С).

Термометры – очень хрупкие приборы, поэтому с ними нужно обращаться очень осторожно и бережно.



Рис. 23 – Термометры:

*a* – обычный ртутный, *б* – палочковый газонаполненный, *в* – технический прямой, *г* – технический угловой.

*Установка для фильтрования холодных растворов через стеклянную воронку* (рис. 24). На штативе крепится стеклянная воронка, под которую ставят стакан. В воронку помещают бумажный фильтр.

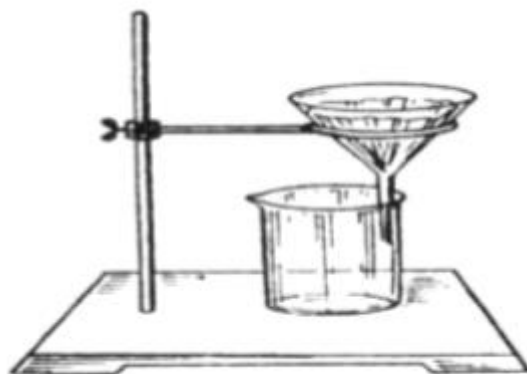


Рис. 24 – Установка для фильтрования холодных растворов через стеклянную воронку.

*Холодильники* (рис. 25) служат для охлаждения и конденсации паров, образующихся при кипении жидкостей. Существует несколько типов холодильников. В химической практике наиболее широко используется холодильник Либиха. Он бывает нисходящим и обратным. Нисходящий холодильник применяют в установках для простой перегонки, а также для перегонки при уменьшенном давлении. В этом случае его крепят к установке с небольшим наклоном в сторону приёмника для перегоняемой жидкости. Если же холодильник используют как обратный, то его крепят в штативе строго вертикально. В этом положении он используется для конденсации паров долго кипящей жидкости. Охлаждённая вода подключается со стороны нижнего отвода.

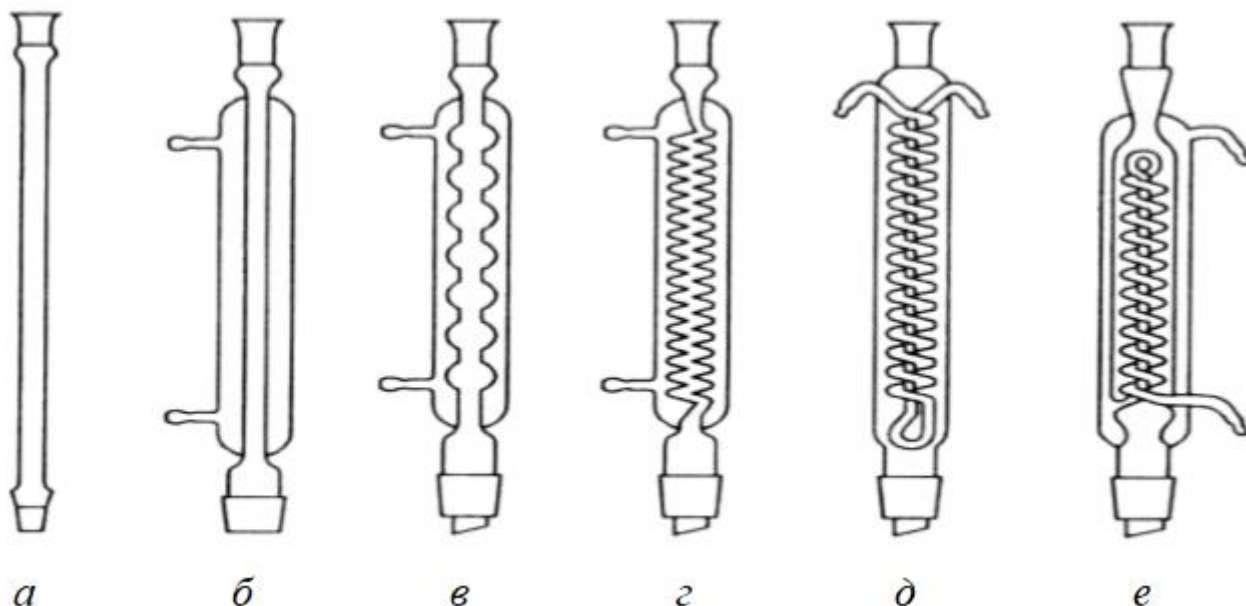


Рис. 25 – Холодильники:

*a* – воздушный, *б* – Либиха, *в* – обратный шариковый, *г* – обратный с охлаждаемой спиралью (змеевиковый), *д* – обратный с охлаждаемой спиралью (Димрота), *е* – обратный с двойным охлаждением (рубашкой и охлаждающей спиралью).

*Цилиндры мерные* (рис. 26) используют для измерения жидких реактивов, для приготовления растворов приблизительной концентрации (но не для точного измерения объёмов).

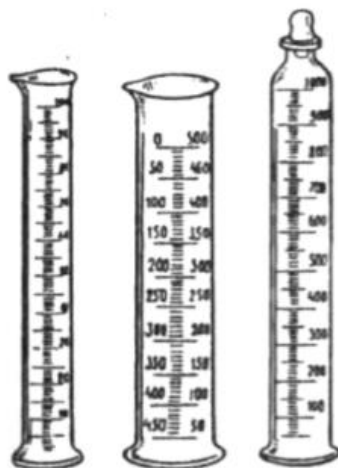


Рис. 26 – Цилиндры мерные.

*Эксикаторы* (рис. 27) – ёмкости из толстостенного стекла, предназначенные для высушивания твёрдых веществ. Различают обычные и вакуум-эксикаторы. В последних на крышке имеется тубус, в который на резиновой пробке вставляют трубку с краном. Эту трубку через манометр и предохранительную склянку соединяют с водоструйным насосом (рис. 28) и создают в эксикаторе вакуум. Вещество, которое подвергают сушке, на часовом стекле или чашке Петри ставят на фарфоровую подставку, лежащую на выступающих бортах средней части эксикатора. В качестве осушающего агента применяют безводные хлорид кальция, сульфат магния, натронную известь, оксид фосфора (V) и др.

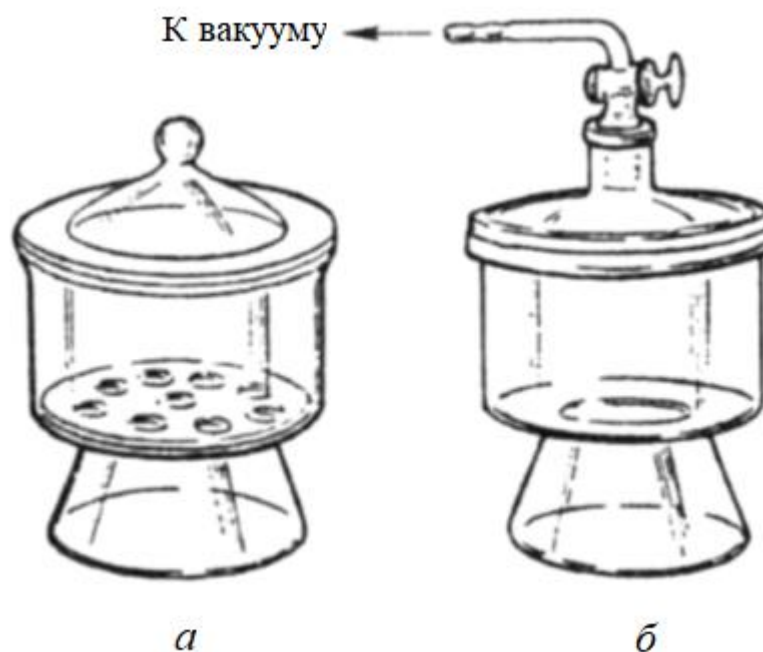


Рис. 27 – Эксикаторы:  
а – обычный, б – вакуумный.

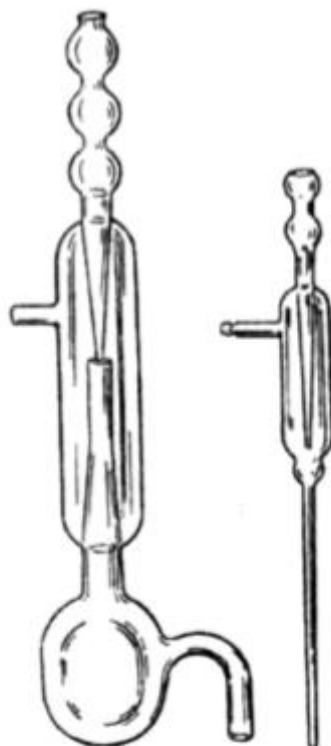


Рис. 28 – Водоструйный вакуум-насос.

## 2. Требования к чистоте химической посуды.

Приступать к выполнению химического анализа можно только тогда, когда под рукой у химика-аналитика будет необходимый набор химической посуды. Обязательно и другое требование: посуда всегда должна быть чистой. От этого зависит результат анализа. Лабораторную посуду моют сначала водопроводной водой, а загрязнённые места оттирают «ершами». Но бывает, что и это не помогает. Тогда посуду наполняют «хромовой смесью» (насыщенный раствор  $K_2Cr_2O_7$  в концентрированной серной кислоте). Эту смесь готовят из расчёта: вода – 100 мл,  $K_2Cr_2O_7$  – 6 г, серная кислота) – 100 мл.

Или на 3 части (по массе) бихромата калия берут 4 части концентрированной серной кислоты и 15 частей воды. Бихромат калия сначала растворяют в воде (можно при небольшом нагревании), охлаждают, а затем к полученному раствору медленно приливают серную кислоту. Раствор при этом разогревается и из оранжевого становится коричневым.

Следует помнить, что обращение с «хромовой смесью» требует особой осторожности. Нельзя допускать, чтобы она попала на тело или одежду. Наполненную «хромовой смесью» посуду обычно оставляют на ночь.

После мытья посуду тщательно ополаскивают несколько раз дистиллированной водой и сушат. Можно применять методы холодной (без нагревания) и горячей (с нагреванием) сушки. В первом случае вымытую посуду надевают на колышки специальной доски, обычно висящей над раковиной, и оставляют до тех пор, пока посуда не высохнет. Во втором случае посуду сушат струёй горячего воздуха, поступающей из воздуховудки.

### 3. Приборы, используемые в химическом анализе.

*Баня водяная* (рис. 29) применяется для нагревания растворов до 100 °С. Бани бывают различных конструкций (круглая или четырёхугольная) со съёмными кольцами для размещения колб, фарфоровых чашек, стаканов, пробирок.

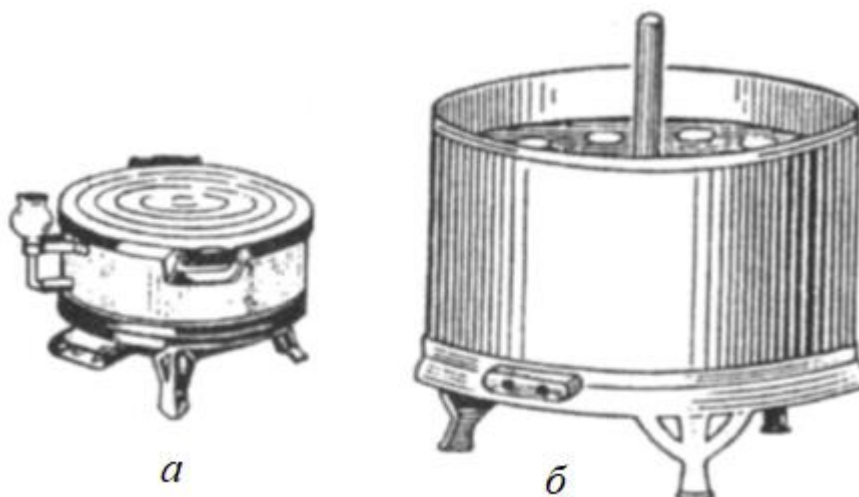


Рис. 29 – Бани водяные:

*a* – со снимаемыми кольцами, *б* – с отверстиями для колб.

*Горелки газовые* бывают двух типов: Бунзена и Теклю (рис. 30). Газ подводится через нижний боковой отвод горелки. Поступление воздуха регулируется специальной гильзой (горелка Бунзена) и нижним кольцом (горелка Теклю). при работе с горелками необходимо строго соблюдать правила техники безопасности.

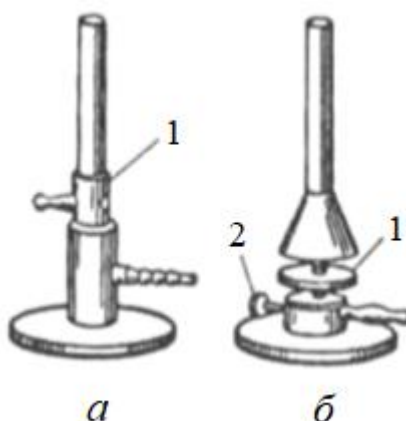


Рис. 30 – Горелки газовые Бунзена (*a*) и Теклю (*б*);

1 – регулятор подачи воздуха, 2 – винт, регулирующий подачу воздуха.

*Зажимы* – приспособления для зажима трубок; в химических лабораториях чаще применяют пружинные зажимы Мора и винтовые Гофмана (рис. 31).



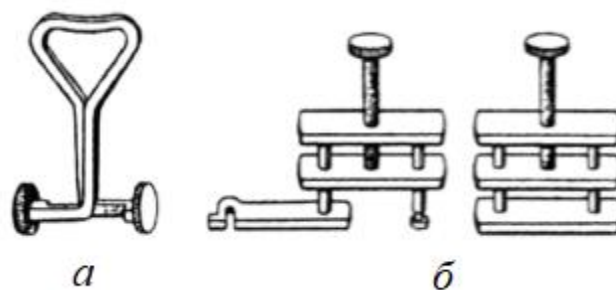


Рис. 31 – Зажимы:  
*a* – зажим Мора (пружинный), *б* – зажим Гофмана (винтовой).

*Муфельная (или тигельная) электрическая печь* (рис. 32) используется для прокаливания осадков. Обычно применяют печь, которой можно прокалить одновременно от 12 до 25 тиглей с осадками. Температура муфельной (или тигельной) печи может достигать  $800 \div 1200$  °С (и выше). Муфельные печи включают в электрическую сеть через реостат, позволяющий регулировать температуру.

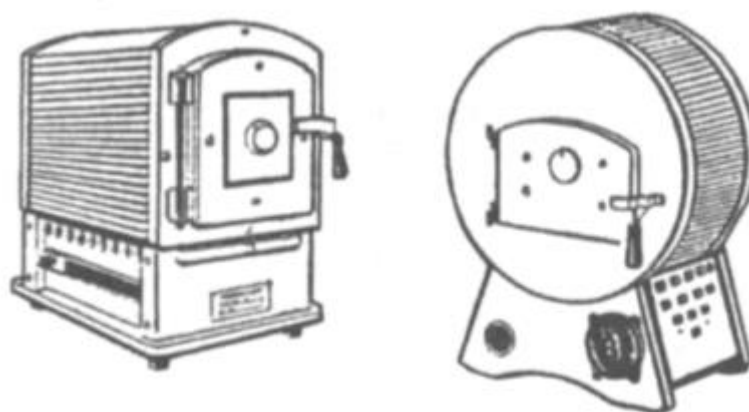


Рис. 32 – Муфельная (или тигельная) электрическая печь.

*Мешалки магнитные* (рис. 33) служат для перемешивания небольших объёмов подвижных жидкостей, помещённых в плоскодонные сосуды (колбы, стаканы). На дно сосуда опускается небольшой стальной стержень в стеклянной или полиэтиленовой «рубашке», который приводится в движение при помощи вращающегося магнита. Этот магнит размещен в корпусе, выполненном в виде столика для установки сосуда с жидкостью. Некоторые магнитные мешалки оборудованы электрообогревом для перемешиваемой жидкости.

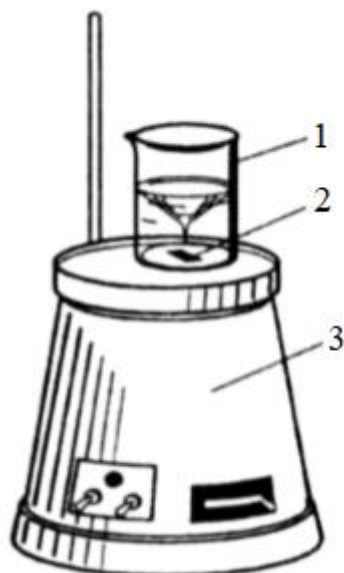


Рис. 33 – Мешалка магнитная:

1 – стакан с жидкостью, 2 – железный стержень в пластмассовой оболочке, 3 – корпус мешалки.

*Плиты электрические* (рис. 34) бывают с открытой или закрытой спиралью (последние наиболее удобны и безопасны в работе). Плиты с закрытой спиралью можно использовать в качестве песочных бань.

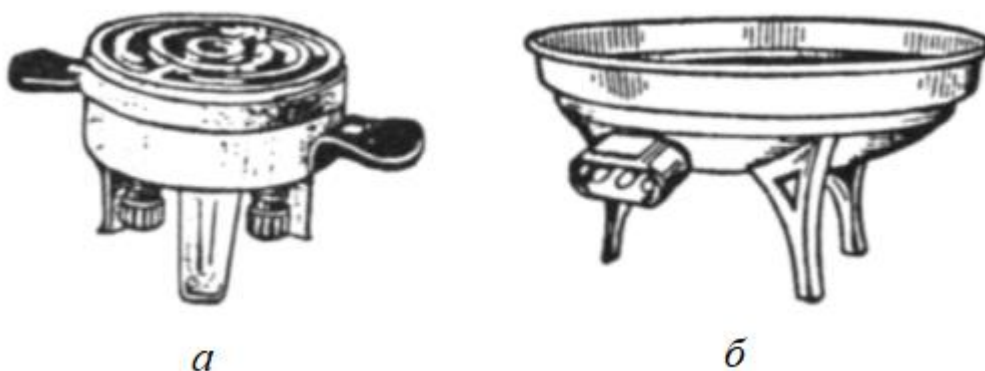


Рис. 34 – Плиты электрические:

*a* – с открытой спиралью, *б* – с закрытой спиралью (песочная баня).

*Приборы для взбалтывания (встряхивания)* (рис. 35) служат для возвратно-поступательных, качательных и других движений сосудов с жидкостями. С помощью этих приборов достигается хорошее перемешивание жидкостей или непрерывный контакт жидкой и твёрдой фаз. Частота и амплитуда колебаний определяются степенью наполнения сосуда и его формой.

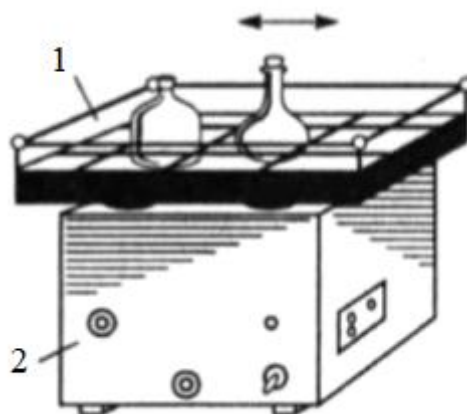


Рис. 35 – Прибор для взбалтывания (встряхивания):  
1 – колеблющаяся платформа с гнездами для посуды, 2 – корпус прибора.

*Тренога* (рис. 36) – металлическая подставка для колб, стаканов при нагревании. Предварительно на треногу следует положить металлическую (асбестированную) сетку.



Рис. 36 – Тренога.

*Центрифуга* (рис. 37) служит для отделения осадка от раствора. Она представляет собой металлический барабан, в котором на роторе электродвигателя укреплена пластина с гильзами (гнездами) для пробирок. Отделение осадков происходит под действием центробежной силы, развиваемой при быстром вращении ротора (до 1000 об/мин). Существуют и ручные центрифуги, в которых центробежная сила создается с помощью ручного усилия. Для безопасности работы барабан центрифуги закрывается крышкой, которая удерживается специальными зажимами.

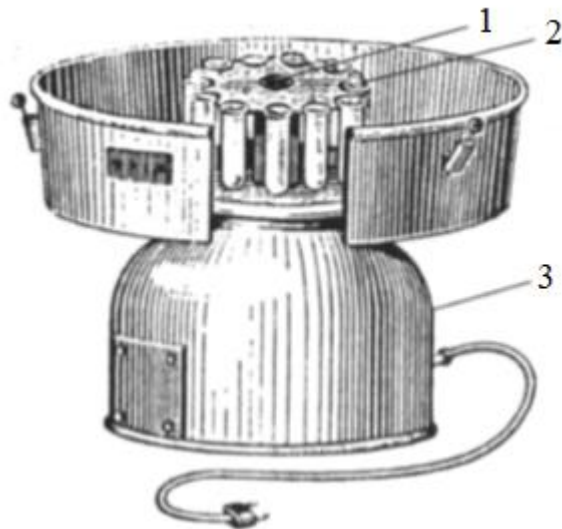


Рис. 37 – Центрифуга:

1 – ротор, 2 – пробирки в гильзах (гнездах), 3 – электродвигатель.

*Шкафы сушильные электрические* (рис. 38) незаменимы для высушивания осадков. Шкафы снабжены терморегулятором, который автоматически поддерживает необходимую температуру внутри шкафа. Температура контролируется термометром и управляется переключателем. Внутри шкафа имеются полки с отверстиями, в которые помещают воронки с осадками.

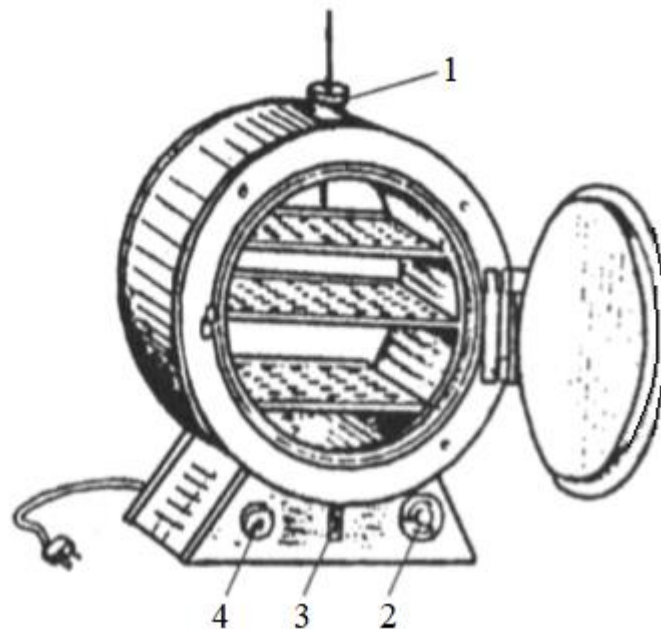


Рис. 38 – Шкаф сушильный (электрический):

1 – гнездо для термометра. 2 – температурный регулятор,  
3 – тумблер включения (выключения), 4 – индикаторная лампочка.

*Штатив металлический с набором муфт, лапок, колец* (рис. 39). При помощи муфт, лапок и колец закрепляют различные приборы, холодильники, колбы, делительные воронки и др.

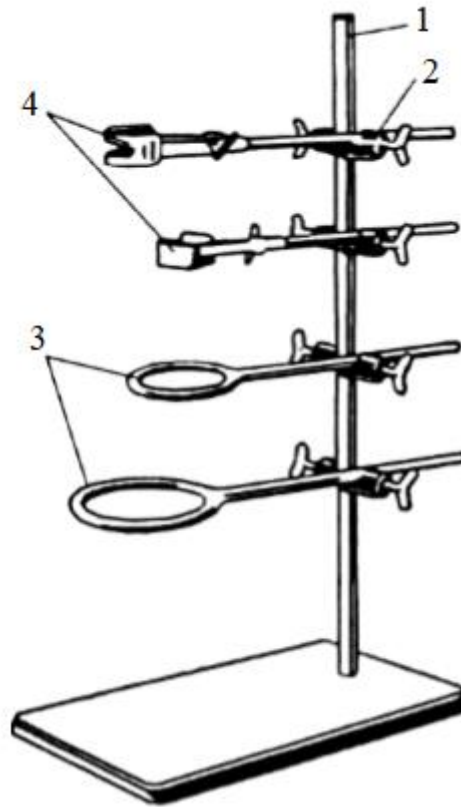


Рис. 39 – Штатив металлический с набором муфт, лапок, колец:  
1 – штатив, 2 – муфты, 3 – кольца, 4 – лапки.

*Щипцы тигельные* (рис. 40) применяют для вынимания горячих тиглей из муфельной печи, при снятии раскаленных тиглей с фарфоровых треугольников.



Рис. 40 – Щипцы тигельные.