

11.11.22.

15 група

Обладнання хіміко-бактеріологічної лабораторії

Лабораторно практична робота

Тема: РОБОТА З ЛАБОРАТОРНИМ ПОСУДОМ

Мета роботи: засвоєння правил роботи в хімічній лабораторії; ознайомлення з різними видами хімічного посуду; опанування навичок приготування сумішей для миття хімічного посуду, набуття вміння миття хімічного посуду.

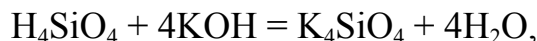
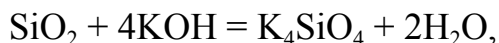
Обладнання та реактиви: зразки посуду різноманітного призначення; волосяні йоржі; склянки на 0,5 дм³ для зберігання розчинів; стакани на 250, 500 см³; скляні палички; шпателі; мірні циліндри 100, 250 см³; технічні терези та набір різноваг; фільтрувальний папір; дистильована вода; розчини 8М H₂SO₄, 6 М HCl, 30 % H₂O₂, 5 % KMnO₄; K₂Cr₂O₇ або Na₂Cr₂O₇, NaHCO₃.

Теоретичні відомості

Проведення будь-якого хімічного експерименту вимагає використання стандартного хімічного посуду, а також сполучних і замикаючих вузлів – шлангів, пробок, шліфів. Монтаж найменшої установки неможливий без використання кріпильних пристосувань і стендів. Вибираючи скляний або полімерний посуд, необхідно знати його термічну й хімічну стійкість.

Більша частина хімічного посуду та пристосувань виготовляється зі скла. Твердість і гладкість поверхні полегшує миття скляного посуду, а прозорість дає експериментаторам можливість стежити за ходом хімічних реакцій і фізичних процесів. Скло добре переносить навантаження на стиск, гірше – на вигин, але погано сприймає ударний вплив. Під дією води і водних розчинів солей на скло в результаті розчинення та гідролізу силікатів лужних металів на поверхні скла утворюється захисна плівка з SiO₂. Така плівка досить стійка в нейтральних і

кислих розчинах (крім HF), але руйнується в лужних через реакції



які переводять у розчин орто- і полісилікати лужних та інших металів, що входять до складу скла. Для захисту скла від впливу лужного середовища рекомендують створювати на поверхні скляної посудини спеціальну плівку, обробляючи виріб спочатку сульфатною кислотою, розведеною водою у співвідношенні 1:1, а потім, після промивання – розплавленим при 200–300 °С парафіном або стеарином.

Основні вимоги, що висуваються до лабораторного посуду та виробів зі скла – це термічна та хімічна стійкість.

Термічна стійкість – це здатність скла витримувати без руйнування різкі коливання температури. Максимальна різниця температур, яку витримує скло, не руйнуючись, є величиною його термічної стійкості. Термічна стійкість скляних посудин залежить, зокрема, від товщини стінок. Наприклад, термічна стійкість виробів із чеського скла «сімакс» при товщині стінки посудини 1 мм складає 312 °С, при 3 мм – 180 °С, при 10 мм – 100 °С.

По термостійкості скло розділяють на групи відповідно до їх коефіцієнтів лінійного теплового розширення в інтервалі температур 20...300 °С.

Перша група – це скло з коефіцієнтом теплового розширення $(70...90) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$, до якого відносяться скло ХС1 марки № 23, тюрінгське (НДР). Скло цієї групи порівняно легкоплавке та схильне до розшарування, при тривалому нагріванні в полум'ї газового пальника скло втрачає прозорість, стає тьмяним, а після охолодження – шорсткувате на дотик.

Друга група – скло з підвищеною термостійкістю, коефіцієнт теплового розширення якого знаходиться в межах $(50...65) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. Сюди відносяться молібденове скло, ДГ-2, «сіал», «ієнатерм». Молібденове скло (ЗС-5 та ін.) одержало назву завдяки здатності утворювати вакуумно-щільний спай з металевим молібденом. Хімічно воно менш стійке, ніж інше лабораторне скло, проте легке в складувній обробці.

Третя група – скло з високою термостійкістю та коефіцієнтом теплового розширення $(38...49) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. До них відноситься малолужне боросилікатне скло з високим вмістом оксиду силіцію «пірекс», ТС, «сімакс», «разотерм».

Четверта група – особливо високо термостійке скло типу кварцового з коефіцієнтом теплового розширення $(5...7) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$.

Хімічна стійкість – це здатність скла протистояти руйнівному впливу води, кислот, лугів та інших хімічних реагентів. Хімічну стійкість скла визначають по ГОСТ 21400–75, який встановлює класи гідролітичної стійкості (водостійкості), кислотостійкості та лугостійкості скла по втраті маси зразка скла після витримки протягом певного часу у відповідному середовищі.

Згідно із ГОСТ 21400–75, в залежності від хімічної та термічної стійкості в нашій країні для виготовлення лабораторного посуду використовується скло наступних груп:

XC1	– хімічно стійке 1 класу
XC2	– хімічно стійке 2 класу
XC3	– хімічно стійке 3 класу
TXC1	– термічно і хімічно стійке 1 класу
TXC2	– термічно і хімічно стійке 2 класу
ТС	– термічно стійке (боросилікатне скло)

Хімічний посуд

Хімічний посуд, що випускається фірмами для потреб лабораторій, надзвичайно різноманітний. Треба уникати проведення конкретного хімічного експерименту в посуді або приладі, не призначеному для нього. Можливість здійснення синтезу речовини з максимальним виходом і необхідною чистотою багато в чому залежить від правильного вибору хімічного посуду і надійного з'єднання його різних видів в лабораторній установці за допомогою шліфів, затворів, трубок і інших сполучних елементів.

Весь посуд можна поділити на такі групи:

1. Посуд загального призначення (пробірки, колби, стакани, лійки, банки, склянки Салюцо-Вульфа, неградуйовані циліндри, переходи, вигини та ін.) – використовується для проведення препаративних робіт, приготування робочих розчинів тощо.

2. Посуд спеціального призначення (промивні склянки, товстостінні колби Бунзена, ексикатори, насадки, дефлегматори, посудини Дьюара та Вейнгольда) – використовується тільки для виконання певних видів робіт і потребує обережного поводження, що пов'язано або зі складною внутрішньою будовою (склянки та насадки), або із високими вимогами до механічної та термічної стійкості посуду (вакуумний посуд).

3. Мірний посуд (пробірки, піпетки, пікнометри, бюретки, колби, мензурки) – призначений для вимірювання об'єму рідин, визначення густини речовин або приготування розчинів певної концентрації. Заборонено використовувати мірні колби для зберігання розчинів.

Скляний хімічний посуд може раптово розтріскуватися без видимої причини. Часто це відбувається через появу на його поверхні незначних подряпин, що утворюються при механічному очищенні посуду піском, вугіллям, металевою щіткою та іншими твердими предметами. Подряпини можуть з'явитися і тоді, коли посуд ставлять на цеглу, керамічні плитки з нерівною поверхнею. Тому не слід використовувати для нагрівання скляних посудин піскові бані, як це рекомендують у деяких застарілих посібниках.

При закріпленні скляних виробів у штативах часто недооцінюють тиск різних лапок і тримачів при затягуванні гвинта. Скляні предмети необхідно закріплювати в затисках, які обладнані прокладками з еластичних матеріалів.

Очищення і сушіння хімічного посуду

Очищення хімічного посуду визначає якість досліджень, виконаних при повторному її використанні. Найбільш ретельним повинно бути очищення посуду, який застосовується в операціях з особливо чистими речовинами.

Поверхня скляних, порцелянових, металевих і полімерних матеріалів може

містити жирові та смолисті забруднення, органічні і неорганічні сполуки та аерозольні частинки. Домішки можуть сорбуватися на поверхні або вимиватися зі стінок хімічного посуду.

На забруднення, що потрапляють у хімічний посуд з повітря, часто не звертають уваги, тому що вони візуально часто непомітні. Тим часом міське повітря містить від $3 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-5}$ г/см³ пилу, до якого входять SiO₂ (до 60 %), Al₂O₃ (до 40 %), Fe₂O₃ (до 16 %), CaCO₃ (до 6 %), MgCO₃ (до 0,8 %), Pb (до 0,05 %), сполуки купруму, натрію, хлориди, сульфати та інші домішки. Зокрема, встановлено, що в 6 M розчині HCl, залишеному на 8 діб у відкритій склянці, з'являється від $2 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-6}$ г плюмбуму. Особливо багато в повітрі хімічних лабораторій домішок гідрогену хлориду, аміаку та амонію хлориду.

Грубі механічні забруднення видаляють із хімічного посуду за допомогою різних волосяних щіток і йоржів із застосуванням гарячого розчину мила або прального порошку (*застосування металевих щіток і йоржів не допускається!*). Грубі забруднення зі скляних і кварцових посудин не можна видаляти за допомогою піску, активованого вугілля, силікагелю та інших твердих часток, оскільки вони можуть залишити на поверхні подряпини, часто майже непомітні, але які призводять до руйнування скла. Якщо волосяним йоржем не вдається проникнути до місця забруднення, у мильний розчин варто накидати обрізки фільтрувального паперу або шматочки тканих матеріалів, а потім багаторазово струснути очищений посуд.

Після видалення грубих забруднень органічним розчинником знімають жирові плями, що залишилися. Цього можна досягти обробкою посуду "гострою" парою протягом 30–60 хв. Парова обробка дозволяє видалити з поверхні плями воску, парафіну, різних продуктів переробки нафти. Одночасно відбувається вилуговування скла, видалення з нього полісилікатів лужних металів з одночасним їхнім гідролізом і утворенням на поверхні скла своєрідної захисної плівки з силіцію (IV) оксиду.

Після цих операцій для подальшого очищення використовують спеціальні миючі суміші.

Хромова суміш складається з калію дихромату і концентрованої сульфатної кислоти (5...9 г $K_2Cr_2O_7$ або $Na_2Cr_2O_7$ на 100 см³ концентрованої H_2SO_4). Ця суміш у результаті реакції



містить деяку кількість хрому (IV) оксиду – більш сильного окисника, ніж дихромат калію і концентрована сульфатна кислота. Суміш руйнує більшість органічних речовин і перетворює плівки та плями оксидів і інших сполук металів у добре розчинні у воді гідросульфати і гідрохромати.

Обробку посуду проводять у витяжній шафі, тому що суміш виділяє отруйний і леткий оксид CrO_3 . Суміш стає непридатною, як тільки вона набуває зеленого забарвлення в результаті відновлення Cr^{6+} в Cr^{3+} . Зберігають суміш у товстостінній порцеляновій склянці, закритій товстою скляною пластинкою. Хромова суміш непридатна для очищення скляних пористих фільтрів та інших пористих мас через сильну адсорбцію іонів хромату порами (фільтри набувають зеленого забарвлення). Іони хрому не вилучаються з пор навіть при багаторазовому кип'ятінні скляних фільтрів у чистій воді.

Перманганатна суміш складається з 3...4 %-вого водного розчину калію перманганату, що містить 1...5 см³ концентрованої H_2SO_4 на 100 см³ розчину. Якщо після обробки такою сумішшю на стінках посуду з'являється бурий наліт MnO_2 , то його видаляють, обполіскуючи посудину концентрованою хлоридною кислотою, водним розчином $H_2C_2O_4$ або 5 %-вим водним розчином гідросульфиту натрію $NaHSO_3$. Після обробки посуду одним з перерахованих реагентів його ретельно обполіскують чистою водою. Не рекомендується застосовувати лужну перманганатну суміш для очищення скляних і кварцових посудин. Ознакою відпрацьованості суміші є зникнення її фіолетового забарвлення.

Суміш Комаровського складається з рівних об'ємів 5–6 %-вого водного розчину гідроген пероксиду і 6 М розчину хлоридної кислоти. Її застосовують для видалення поверхневих забруднень зі скла, кварцу та полімерних матеріалів. Ця суміш залишає поверхню більше чистою, чим хромова або

перманганатна. Перед використанням суміш Комаровського підігривають до 30–40 °С, а після ополіскування посудин чистою водою перевіряють на відсутність у воді іонів Cl^- (проба з AgNO_3).

Вимитий посуд висушують, вживаючи всі запобіжні заходи від забруднення його домішками повітряного середовища. Для цієї мети використовують прилади, обладнані пристроями для підігріву та знепилення повітря, що подається по поліпропіленових трубках, на які надягають вимитий посуд. Випускають і прості штативи-сушарки, виготовлені, як правило, з полімерних матеріалів. Такі сушарки розташовують над раковинами або спеціальними піддонами для збору стікаючої води.

Для сушіння посуду використовують і звичайну сушильну шафу. Вимитий посуд сушать у ньому при температурі 80...105 °С, розташовуючи його на емальованих піддонах або в кюветах з поліпропілену. Висушений посуд для охолодження залишають на якийсь час у вимкненій сушильній шафі, а потім переносять у спеціальний бокс для зберігання або у великий ексікатор, вільний від осушувача.

Допускається сушіння відмитого посуду ополіскуванням спочатку чистим етанолом, а потім діетиловим ефіром або ацетоном. Спирт видаляє воду з поверхні, а ефір або ацетон змивають плівку спирту і легко випаровуються зі стінок посудини.

Методом контролю чистоти відмитої скляної та кварцової поверхні є спостереження за поведінкою на ній водяної плівки. Якщо поверхня вільна від домішок гідрофобних речовин (малорозчинні, не взаємодіючі з водою речовини), то водяна плівка розподіляється тонким рівномірним шаром, змочуючи всю поверхню посудини без розривів у водяній плівці. Забруднена поверхня змочується водою нерівномірно, окремими ділянками. Мінімальна кількість виявлених цим візуальним методом забруднень становить $1 \cdot 10^{-7} \dots 1 \cdot 10^{-5}$ г/см². Більш чутливим є *метод розпилення чистої води* на відмиту поверхню за допомогою пульверизаторів. При відсутності гідрофобних забруднень дрібні крапельки води будуть змочувати поверхню і покривати її

суцільною водяною плівкою. У місцях же забруднень буде спостерігатися скупчення крапель. Метод дозволяє виявити $2 \cdot 10^{-8} \dots 3 \cdot 10^{-7}$ г/см² гідрофобної речовини.

Методика виконання роботи

Кожна бригада студентів одержує набір хімічного посуду. Студенти повинні ознайомитись із запропонованими зразками посуду, після чого замалювати його в протоколах та надати детальний опис – матеріал, призначення, особливості конструкції та роботи з ним. Також зазначається стан поверхні та пропонується порядок очищення.

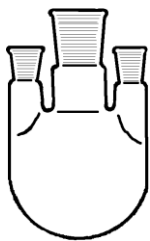
Після ознайомлення з посудом студенти мають приготувати згідно із завданням викладача одну із описаних вище хімічних сумішей для миття посуду, при цьому необхідно дотримуватись усіх вимог техніки безпеки. Суміш готується змішуванням компонентів у термостійкому хімічному стакані і потім переливається в заздалегідь заготовлену склянку, яку потім закривають та наклеюють на бічну поверхню етикетку із необхідною інформацією. Приготовлена хімічна суміш надалі використовується для миття посуду.

Миття запропонованих зразків посуду проводять згідно із встановленим порядком, корегуючи його відповідно до стану поверхні, – спочатку миття за допомогою йоржиків, потім знежирюючими розчинами і далі за допомогою хімічних сумішей із ретельним промиванням водопровідною водою між операціями та дистильованою – наприкінці миття. Після очищення посуду проводять аналіз контролю чистоти поверхні та сушать посуд. Відмитий та висушений посуд має бути продемонстрований викладачу.

Приклади завдань

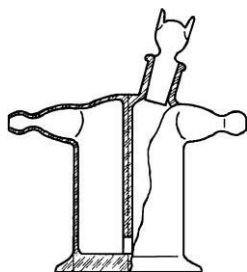
Завдання 1. Описати призначення запропонованих зразків хімічного посуду та стан його поверхні. Приготувати 250 см³ хромової (перманганатної, Комаровського) суміші та виконати миття отриманого посуду.

Приклад опису завдання



Колба круглодонна з трьома горловинами, призначена для перегонки під вакуумом та проведення різних препаративних робіт, що вимагають підведення термометра, мішалки тощо. Надана колба виготовлена з боросилікатного скла, термостійка. Зсередини колби наявні забруднення у вигляді нальоту бурого кольору. Запропонований порядок очищення:

механічне за допомогою йоржика, миття теплим содовим розчином, миття хромовою сумішшю, ретельне промивання дистильованою водою.



Склянка Тищенко, призначена для очищення газів від домішок пропусканням через рідкий поглинач. Виготовлена зі звичайного скла, обладнана трьома тубусами (два для пропускання газу і один для наливання поглинача) та скляною перегородкою, в нижню частину якої впаяний фільтр з пористого скла. Зсередини склянка

має білуватий наліт, який добре змочується водою. Для очищення пропонується миття сумішшю Комаровського з наступним промиванням дистильованою водою.

Питання для самоконтролю

1. Обґрунтуйте вибір матеріалів для виготовлення хімічного посуду.
2. Опишіть основні характеристики хімічного скла.
3. Поясніть необхідність поділу хімічного посуду на групи загального призначення, мірний та спеціальний.
4. Поясніть, яким чином, виходячи із конструктивних особливостей посуду, визначити його призначення.
5. Назвіть основні етапи очищення хімічного посуду.
6. Опишіть основні правила роботи з хімічним посудом.
7. Які існують суміші для миття хімічного посуду?

8. Опишіть роботу з сумішами для миття хімічного посуду та правила їх зберігання.
9. Опишіть способи контролю чистоти поверхні посуду.
10. Назвіть основні забруднювачі, які присутні у повітрі хімічної лабораторії.