

Podstawowe wyposażenie i czynności laboratoryjne wykonywane podczas ćwiczeń laboratoryjnych z zakresu chemii sanitarnej, chemii budowlanej, oczyszczania wody i ścieków.

Większość urządzeń w laboratorium to precyzyjne i delikatne urządzenia analityczne. Należy korzystać z nich zgodnie z instrukcjami i wskazówkami prowadzących.

W laboratorium powszechnie wykorzystywane są naczynia szklane. Szkło wykazuje się odpornością na większość czynników chemicznych, ale jest kruche. Przy posługiwaniu się naczyniami szklanymi należy zachować ostrożność w celu uniknięcia: stłuczenia szkła, skałeczeń, rozlania niebezpiecznych odczynników.

Spis treści:

1.	Zlewki.....	2
2.	Kolby stożkowe	2
3.	Cylindry miarowe	3
4.	Kolby miarowe	3
5.	Pipety wielomiarowe.....	4
6.	Pipety jednomiarowe	4
7.	Gruszki i nasadki	5
8.	Pipety automatyczne.....	5
9.	Dozowniki automatyczne	6
10.	Woda	6
11.	Tryskawki.....	6
12.	Lejki	7
13.	Sączki i sączenie	7
14.	Eksykator.....	8
15.	Naczyńka wagowe	8
16.	Wagi i ważenie.....	9
17.	Przenoszenie ilościowe odważonego odczynnika do roztworu	10
18.	Mieszadło magnetyczne	11
19.	Butelki z wkraplaczem	11
20.	Biureta.....	12
21.	Miareczkowanie	13

1. Zlewki

Zlewki to szklane naczynia laboratoryjne, najczęściej z naniesioną podziałką. Pomimo naniesionej podziałki nie należy ich stosować do odmierzania objętości wody/roztworów. Rodzaj zlewki określany jest jej pojemnością często z podaniem dodatkowo niska lub wysoka (określenie proporcji pomiędzy powierzchnią a wysokością zlewki).



2. Kolby stożkowe



Nazwa kolby stożkowe obejmuje szeroką grupę naczyń laboratoryjnych o charakterystycznym kształcie.

Niektóre z nich mogą posiadać naniesioną podziałkę. Pomimo naniesionej podziałki nie należy ich stosować do odmierzania objętości wody/roztworów.

Kolby te najczęściej wykorzystywane są w zestawach do sączenia oraz podczas miareczkowania. Kolby używane do miareczkowania charakteryzują się szeroką szyjką ułatwiającą ich trzymanie i mieszanie, minimalizując jednocześnie ryzyko odmierzenia roztworu titranta poza kolbę. Kolby te noszą nazwę kolb Erlenmayera (popularnie w laboratorium określa się je nazwą erlenmajerki)

3. Cylindry miarowe



Cylindry miarowe spełniają funkcję podobną do pipet wielomiarowych. Odmierzanie objętości cylindrami (zwanymi też menzurkami) obarczone jest jednak większym błędem niż w przypadku pipet. W laboratorium wykorzystywane będą cylindry miarowe o pojemnościach od 10 ml do 2 dm³.

4. Kolby miarowe



Kolby miarowe są szkłem laboratoryjnym o dokładnie ustalonej objętości. Każda z kolb, w górnej części szyjki, posiada szlifowany pasek (kreskę). Napełnienie kolby miarowej płynem, w taki sposób, że dolny menisk płynu dotyka kreski oznacza umieszczenie w kolbie dokładnej objętości płynu odpowiadającej wielkości kolby (czynność ta nazywana jest dopełnieniem kolby miarowej do kreski). Należy pamiętać, że kolby miarowe skalowane są „na wlew” tzn., że w kolbie znajduje się ściśle określona objętość płynu, ale opróżniając kolbę uzyskamy objętość mniejszą (części płynu zostanie na

ściankach kolby). Kolby miarowe wykorzystywane są najczęściej do przygotowywania roztworów o ściśle określonym stężeniu lub wyrównywania objętości próbek do ściśle określonej objętości (co jest szczególnie istotne przy późniejszym wykonywaniu analizy z użyciem jedynie części roztworu). Przygotowanie roztworu o ściśle określonym stężeniu polega na:

- umieszczeniu w kolbie niewielkiej ilości wody
- ilościowym przeniesieniu do kolby dokładnie odważonego odczynnika
- uzupełnieniu kolby wodą pod kreskę

- dokładnym wymieszaniu zawartości kolby
- uzupełnieniu kolby wodą - do kreski
- dokładnym wymieszaniu zawartości kolby

Pojemności stosowanych kolb miarowych to najczęściej: 25, 20, 100, 200, 250, 500 i 1000 ml.

5. Pipety wielomiarowe



Pipety wielomiarowe są rodzajem szkła laboratoryjnego umożliwiającym dokładne odmierzanie różnych objętości płynów. W laboratorium dostępne są pipety wielomiarowe o pojemnościach z zakresu od 1 do 50 ml. Pipetami wielomiarowymi można odmierzyć każdą objętość płynu mieszczącą się w zakresie skali pipety. Przy korzystaniu z pipet nie należy wydmuchiwać płynu z pipety. Pipety są szkłem skalowanym na wylew – oznacza to, że za pomocą pipety, przy swobodnym wypływie płynu, odmierzamy do wybranego naczynia laboratoryjnego, założoną objętość płynu (do pipety nabiera się trochę większa objętość, a przy skalowaniu uwzględniana jest ilość płynu pozostająca na ściankach i w końcówce pipety). Niektóre pipety wielomiarowe mogą mieć naniesiony kolorowy pasek (pasek Schellbacha – czerwony lub niebieski) – ułatwia on dokładne określenie odmierzanej objętości.

Podczas korzystania z pipety wielomiarowej należy zwrócić uwagę na rodzaj skali – wartość „0” może być umieszczona w górnej lub dolnej części pipety.

6. Pipety jednomiarowe



Pipety jednomiarowe są rodzajem szkła laboratoryjnego umożliwiającym precyzyjne odmierzanie konkretnej objętości płynu. Każda z nich w górnej części ma naniesiony szlifowany pasek (kreskę) – skalowanie każdej pipety odbywa się indywidualnie. Pipetę napełnia się w taki sposób aby dolny menisk płynu dotykał do kreski (w przypadku płynów mocno zabarwionych górny menisk). W laboratorium dostępne są pipety jednomiarowe o pojemnościach 1; 2; 5; 10; 20; 25; 50 i 100 ml. Pipetami jednomiarowymi można odmierzyć jedną konkretną objętość płynu odpowiadającą pojemności pipety. Przy korzystaniu z pipet nie należy wydmuchiwać płynu z pipety. Pipety są szkłem skalowanym na wylew – oznacza to, że za pomocą pipety, przy swobodnym wypływie płynu, odmierzamy do wybranego naczynia laboratoryjnego, założoną objętość płynu. Pipety jednomiarowe wykorzystywane są najczęściej do precyzyjnego odmierzania objętości próbek roztworu do analizy ilościowej.

7. Gruszki i nasadki

Korzystanie z pipet wymaga naciągania płynu do pipety. Do bezpiecznego i higienicznego napełniania pipet służą różnego rodzaju nasadki i gruszki. Na zajęciach najczęściej wykorzystywane będą trójzawore gruszki gumowe. Właściwe operowanie zaworkami umożliwia korzystanie z pipety bez konieczności zdejmowania gruszki.



8. Pipety automatyczne



Pipety automatyczne spełniają podobną rolę jak dozowniki automatyczne. W tym przypadku konieczne jest jednak nabieranie za każdym razem odmierzanej objętości płynu. Odmierzany płyn kontaktuje się jedynie z wymienną plastikową końcówką pipety (dzięki temu jedna pipeta może być wykorzystywana do odmierzania różnych płynów - po zmianie końcówek)

Większość pipet automatycznych wyposażona jest w wyrzutnik końcówek co umożliwia zdjęcie końcówki bez jej dotykania (istotne przy odmierzaniu np. płynów żrących lub materiału skażonego biologicznie).

9. Dozowniki automatyczne



Podczas wykonywania rutynowych analiz do każdej z próbek często dodawane są te same ilości odczynników. W celu przyspieszenia wykonania analiz można korzystać z dozowników automatycznych (prawidłowe ich wykorzystanie skraca czas analizy pozwalając zachować wymaganą dokładność). Odczynniki nabierane są do plastikowych „strzykawk” o różnych średnicach, dla każdej

takiej strzykawki określona jest objętość „jednej działki”. Jedno naciśnięcie spustu dozownika odmierza objętość płynu odpowiadającą „ilości działek” nastawionych górnym pokrętkiem.

10. Woda



Woda jest powszechnie wykorzystywana w laboratorium. Jeżeli w przepisach dotyczących wykonania analizy nie sprecyzowano rodzaju wody należy przyjąć, że chodzi o wodę co najmniej destylowaną. Praktycznie często wykorzystywana jest woda redestylowana (podwójnie destylowana). Woda kranowa używana jest jedynie do wstępnego mycia zabrudzonego szkła. Woda redestylowana dostępna jest w laboratorium w butlach z tubusem oraz, w odpowiednio opisanych, tryskawkach na stołach laboratoryjnych.

11. Tryskawki



Korzystanie z tryskawk umożliwia:

- uzyskanie strumienia wody potrzebnego przy przepłukiwaniu szkła laboratoryjnego
- dozowanie wody do kolb miarowych
- precyzyjne uzupełnianie kolb miarowych do kreski.

Tryskawki szklanej można używać wylewając wodę (wyższy koniec) lub uzyskując strumień wody (dmuchając w wyższy koniec). Podczas korzystania należy pamiętać o przytrzymaniu głowicy.

Mniejsze tryskawki z tworzywa sztucznego wykorzystywane są głównie do precyzyjnego uzupełniania kolb miarowych.

12. Lejki



Na zajęciach lejki najczęściej wykorzystywane będą, w połączeniu z sączkami do oddzielania zawiesin z próbek.

13. Sączki i sączenie



Wykonanie niektórych analiz wymaga uzyskania klarownego roztworu. W przypadku próbek mętnych należy je przesączyć oddzielając na sączku zawiesinę i uzyskując klarowny przesącz. W tym celu należy dobrać sączek o odpowiedniej średnicy i twardości (określenie połączone z rozmiarem porów: sączek twardy – małe pory, usunięcie drobnych zawiesin, długi czas sączenia; sączek miękki – duże pory, możliwość przejścia do przesączu drobnych zawiesin, krótki czas sączenia).



W przypadku kiedy wykonanie analizy wymaga uzyskania, z przesączu, ściśle określonej objętości klarownego roztworu, sączenie przeprowadza się do kolby miarowej uzupełniając ją następnie wodą do kreski.

14. Eksykator



Eksykator jest naczyniem wykorzystywanym do chłodzenia, studzenia i przechowywania próbek w atmosferze pozbawionej wilgoci. Umieszczany w dolnej części żel charakteryzuje się bardzo wysoką higroskopijnością i powoduje usunięcie całej wilgoci z wnętrza naczynia. Eksykator wykorzystywany jest najczęściej do studzenia próbek wysuszonych do stałej masy i przechowywania ich w okresach pomiędzy ważeniami (przy kontakcie z wilgotnym powietrzem masa próbki ulegałaby zmianie). Żel posiada ograniczone możliwości pochłaniania wilgoci – eksykator należy otwierać (przesuwając pokrywę) tylko na czas niezbędny do włożenia lub wyjęcia próbek, ograniczając dopływ wilgotnego powietrza z pomieszczenia. Zużyty żel (rozpoznanie po zmianie koloru) należy poddać regeneracji (suszenie).

15. Naczynka wagowe

Precyzyjne odważanie (z dokładnością do 0,0001 g) niewielkich ilości substancji (czasami poniżej 0,1 g) jest czynnością czasochłonną. Większość odważanych substancji wykazuje właściwości higroskopijne. Jeżeli próbka w czasie ważenia zmienia swoją masę (wchłania wilgoć z powietrza), a odczyt masy może nastąpić dopiero po ustabilizowaniu się wahań wagi, to wynik ważenia substancji umieszczonej bezpośrednio na szalce wagi, w wilgotnym powietrzu, może być obarczony błędem. Naczynko wagowe jest niewielkim, lekkim, szczelnie zamykanym, naczyniem, wykonanym z cienkiego szkła. Umieszczenie odważanej substancji w szczelnie zamkniętym naczynku wagowym (najczęściej połączone z wcześniejszym kilkukrotnym suszeniem i wystudzeniem substancji i naczynka w eksykatorze) umożliwia dokładne ustalenie masy substancji (procedura nazywana jest suszeniem do stałej masy).



16. Wagi i ważenie



Ze względu na wymaganą dokładność, ważenie w laboratorium chemicznym jest czynnością różniącą się od ważenia w potocznym słowa tego znaczeniu. Do celów analizy ilościowej wymagane jest ważenie z dokładnością do 0,0001 g (0,1 mg). Większość odważanych substancji wykazuje właściwości higroskopijne (ze względu na pochłanianie wilgoci, przy kontakcie z wilgotnym powietrzem masa substancji może się zmieniać w czasie odważania). Przy odważaniu tego rodzaju substancji należy korzystać z naczynek wagowych. Jeżeli wymagane jest odważenie odczynnika w stanie pozbawionym wilgoci wykorzystuje się suszarki i ekscykatory. Zestaw czynności określanych jako suszenie do stałej masy obejmuje cyklicznie wykonywane suszenie (naczynko wagowe, suszarka), studzenie (naczynko wagowe, ekscyktor) i ważenie (naczynko wagowe, waga) do uzyskania jednakowych mas ($\pm 0,0005\text{g}$) w następujących po sobie dwóch ważeniach – procedura ta jest czasochłonna.



Przy odważaniu do celów analizy ilościowej próbek w stanie takim w jakim się znajdują w pojemnikach/opakowaniach w laboratorium będzie stosowany następujący sposób (opis dotyczy wykorzystania analitycznej wagi elektronicznej):

- włączenie wagi
- wybór wyświetlanych jednostek masy (g, mg)
- umieszczenie na szalce wagi pustego, suchego naczynka wagowego (naczynko należy przetrzeć suchymi i czystymi rękoma)
- wytarowanie wagi z pustym naczynkiem (diody kontrolne zero i stabilizacja)
- umieszczenie w naczynku naważki substancji (przy potrzebie zważenia konkretnej ilości substancji praktycznie jest początkowo umieścić w naczynku ilość mniejszą i stopniowo dosypywać do uzyskania wymaganej masy)
- odczytanie masy na wyświetlaczu wagi (diody kontrolna „stabilizacja”) i ewentualne dodanie lub odjęcie pewnej ilości substancji
- odczytanie ostatecznego wyniku (diody kontrolna „stabilizacja”).

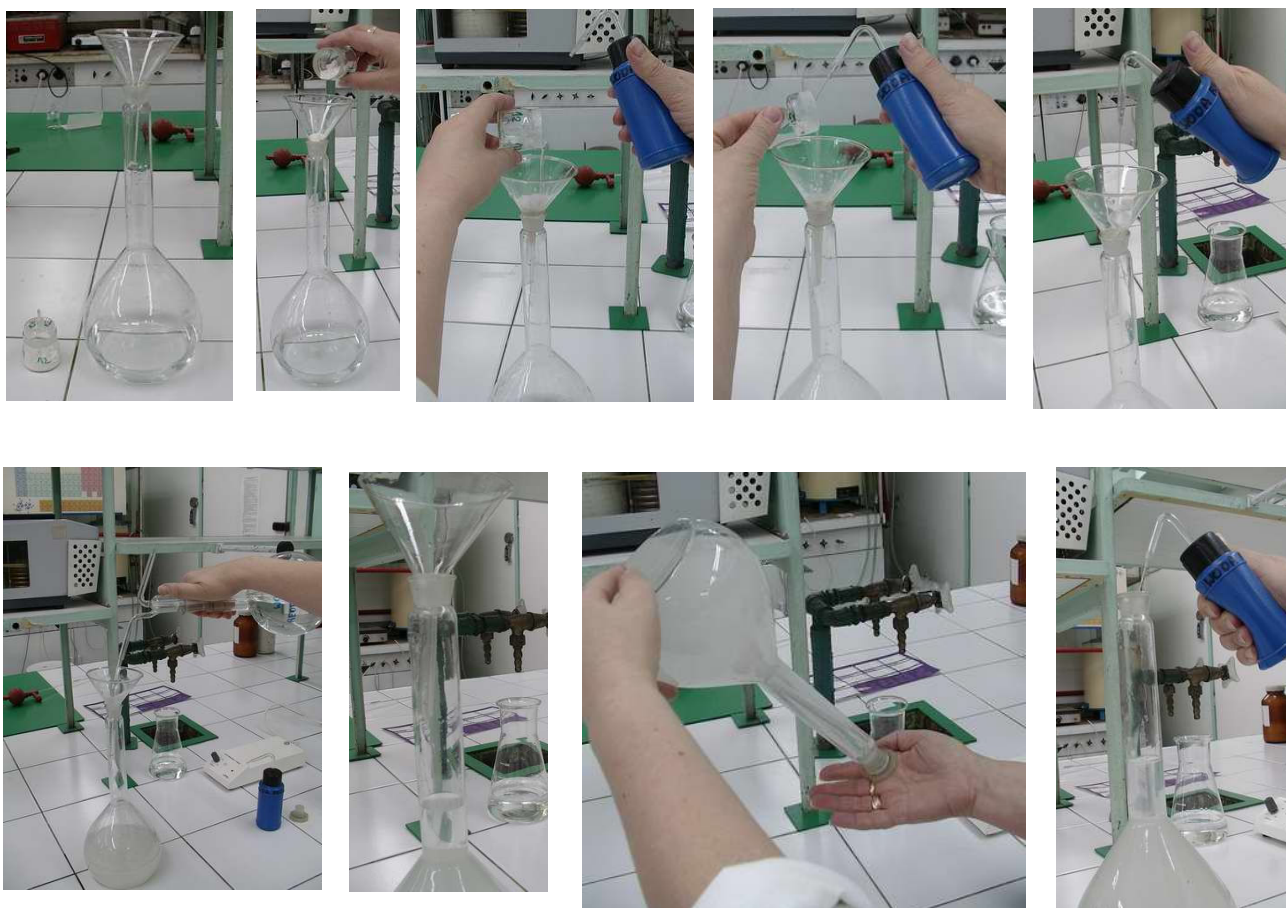


W przypadku kiedy odważana substancja nie wykazuje właściwości higroskopijnych, a wystarczająca będzie mniejsza dokładność ważenia, można zamiast naczynka wagowego wykorzystać papierki wagowe (woskowane papierki umożliwiające łatwe zsypanie całej ilości odważanej substancji)

17. Przeniesienie ilościowe odważonego odczynnika do roztworu

Ilościowe przeniesienie jest pojęciem określającym przełożenie **dokładnie całej** ilości substancji z jednego pojemnika do drugiego. W czasie zajęć laboratoryjnych najczęściej będzie to dotyczyło umieszczenia całej ilości dokładnie odważonego odczynnika w kolbie miarowej w celu uzyskania ściśle określonej objętości roztworu zawierającego dokładnie zważoną ilość odczynnika. Odważany odczynnik znajduje się najczęściej w naczyniu wagowym, a jego część przywiera do ścianek i/lub wieczka naczynia. W takim przypadku przeniesienie ilościowe polega na:

- umieszczeniu lejka w szyjce odpowiedniej kolby miarowej
- przesypaniu zawartości naczynia wagowego na lejek
- dokładnym, kilkukrotnym przepłukaniu naczynia wagowego nad lejkiem (tryskawką)
- dokładnym, kilkukrotnym przepłukaniu wieczka naczynia wagowego nad lejkiem (tryskawką)
- wlewaniu wody przez lejek do kolby (cała ilość odczynnika znajdująca się na lejku powinna dostać się do kolby) – na tym etapie dolewanie wody należy zakończyć przed dopełnieniem kolby do kreski



18. Mieszadło magnetyczne



Mieszadła magnetyczne mogą być wykorzystywane podczas wykonywania analizy miareczkowej (przy braku wprawy trudność może stanowić jednocześnie precyzyjne dozowanie roztworu titranta z biurety połączone z płynnym mieszaniem miareczkowanej w kolbie próbki). Mieszadło magnetyczne składa się z podstawy, w której znajduje się obracające się (z regulowaną

prędkością) metalowe ramię oraz umieszczonego w naczyniu z próbką magnesu, zalanego odpornym na działanie czynników chemicznych tworzywem sztucznym. W kolbie z próbką należy ostrożnie umieścić magnes, kolbę postawić na mieszadle i uregulować obroty zapewniające płynne mieszanie zawartości kolby. Korzystanie z mieszadła magnetycznego pozwala skupić uwagę na prawidłowej obsłudze biurety.



19. Butelki z wkraplaczem



Podczas wykonywania analizy miareczkowej do próbki, z biurety, dozowany jest roztwór titranta. Punkt końcowy miareczkowania identyfikowany jest najczęściej przez zmianę barwy, wcześniej wprowadzonego do próbki wskaźnika. Wskaźnik zazwyczaj dodawany jest w ilości kilku kropli. Do tego celu służą buteleczki z pipetkami zaopatrzonymi w gumowe smoczki (wkraplacze).

20. Biureta



Pojęcie biureta dotyczy grupy urządzeń, których wspólną cechą jest możliwość dokładnego i precyzyjnego, stopniowego dozowania niewielkich objętości roztworu, o ściśle określonym stężeniu, do analizowanych próbek.

Obsługa biurety polega na jej napełnieniu, wyzerowaniu, dozowaniu w trakcie miareczkowania, odczycie wyniku po zakończonym miareczkowaniu, a sposób obsługi zależy od typu biurety. W czasie zajęć w laboratorium wykorzystywane będą biurety półautomatyczne oraz elektroniczne.



Czynność	Biureta półautomatyczna	Biureta elektroniczna
Napełnianie	Naciśnięcie plastikowej butelki powoduje przetłoczenie roztworu z butelki do biurety	Włączenie biurety (On/Off). Ustawienie przełącznika w pozycji „Fill”. Ruch pokrętkiem „w górę” (tylko zgodnie ze strzałką na wyświetlaczu) powoduje nabranie roztworu do biurety. Zakończenie napełniania następuje w momencie lekkiego wyczuwalnego oporu.
Zerowanie	Po zakończeniu napełniania nadmiar roztworu z biurety odsysany jest automatycznie (w momencie zwolnienia nacisku na butelkę)	Naciśnięcie przycisku „Clear” powoduje wyzerowanie wskazania biurety i wyświetlenie wartości 00,00.
Dozowanie	Odkręcanie teflonowego kranika do uzyskania wymaganej szybkości dozowania	Ustawienie przełącznika w pozycji „Titr”. Ruch pokrętkiem „w dół” (tylko zgodnie ze strzałką na wyświetlaczu) powoduje dozowanie roztworu z biurety
Odczyt wyniku	Ze skali biurety	Wynik na wyświetlaczu biurety

21. Miareczkowanie



Miareczkowanie jest czynnością wykonywaną podczas ilościowej analizy objętościowej. Analiza ta polega na ilościowym oznaczeniu substancji w badanej próbce przez wprowadzanie do próbki, za pomocą biurety, roztworu substancji, o ściśle określonym stężeniu, reagującej chemicznie z substancją oznaczaną. Zapisując równanie przebiegającej reakcji oraz znając objętość i stężenie dozowanego roztworu substancji (titranta) można obliczyć ilość substancji oznaczanej (analitu).

Miareczkowanie polega na dozowaniu roztworu o ściśle określonym stężeniu (titranta) z biurety do naczynia z roztworem oznaczanej substancji (analitem). Dozowanie kończy się w chwili kiedy titrant przereaguje stechiometrycznie z analitem. Koniec miareczkowania ustalany jest w oparciu o zmianę barwy, wcześniej wprowadzonego do analizowanej próbki, wskaźnika. Wskaźniki do różnych oznaczeń dobierane są w taki sposób aby zmiana ich barwy wskazywała punkt, w którym titrant przereagował stechiometrycznie z analitem.

W ujęciu praktycznym miareczkowanie polega na:

- przygotowaniu analizowanej próbki (określenie objętości i umieszczenie próbki w erlenmajerze o odpowiednio dobranej pojemności)
- napełnieniu i wyzerowaniu biurety
- dozowaniu roztworu z biurety do próbki (przy ciągłym mieszaniu próbki, szybkość dozowania powinna być największa na początku miareczkowania i przechodzić w dozowanie kroplami pod koniec miareczkowania)
- zakończeniu dozowania w chwili zmiany barwy wskaźnika (w idealnym przypadku zakończenie miareczkowania następuje po dodaniu ostatniej kropli roztworu, która spowodowała zmianę barwy wskaźnika)
- odczytaniu (i zapisaniu) z podziałki biurety objętości zużytego roztworu titranta

Sposób napełniania, zerowania i dozowania zależy od typu użytej biurety.

Prawidłowy sposób miareczkowania

