

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский Нижегородский
государственный университет им. Н.И.Лобачевского»**

**Р.П. Арефьева
А.М. Корнев**

ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Учебно-методическое пособие

Рекомендовано Объединенной методической комиссией Института открытого образования и филиалов университета для слушателей, обучающихся по дополнительной профессиональной образовательной программе повышения квалификации «Физико-химические и химические методы анализа».

Нижегород
2017

УДК 542.61
ББК 74.58+06
А80

А80 Техника лабораторных работ. Авторы: Арефьева Р.П., Корнев А.М.
Учебно-методическое пособие. – Нижний Новгород: ННГУ, 2017. – 26 с.

Рецензент: заместитель директора ООО «Кулон» О.Н. Костев

В пособии содержатся сведения о приемах и методах работы лаборантов химического анализа. Подробно рассмотрены вопросы работы с химической посудой, приборами и приспособлениями для проведения химических анализов. Пособие предназначено для подготовки лаборантов химических лабораторий.

Ответственный за выпуск:
председатель Объединенной методической комиссии Института открытого образования и филиалов университета, к.т.н., доцент Назарова Н.Е.

УДК 542.61
ББК 74.58+06

Арефьева Р.П., Корнев А.М.
© Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского, 2017

СОДЕРЖАНИЕ

1. Техника лабораторных работ	4
1.1. Введение	4
1.2. Мытье и сушка химической посуды	4
1.3. Титрованные растворы, индикаторы, титрование	5
1.4. Сборка лабораторных установок	8
1.5. Фильтрация	9
1.6. Нагревание и охлаждение	11
1.7. Экстрагирование	12
1.8. Измерение и регулирование температуры	14
1.9. Электрические и оптические приборы	16
2. Основные условия безопасной работы в лаборатории	18
2.1. Общие положения	18
2.2. Вентиляция и отопление	19
2.3. Условия пожарной безопасности	19
2.4. Работа с ядовитыми веществами и селективными растворителями	20
2.5. Работа с металлической ртутью	21
2.6. Работа с электронагревательными приборами	22
2.7. Оказание первой помощи пострадавшим	22
3. Характеристика работ и обязанности лаборанта химического анализа	24
4. Рекомендуемая литература	25

1. ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

1.1. Введение

Выпускаемая заводами продукция, поступающее сырье, реагенты, материалы и собственно технологический процесс проходят аналитический контроль. Задачей лабораторного контроля является определение характеристик заданных химических и физических свойств конечных и промежуточных продуктов производства.

Неточность или несвоевременность проведения анализов приводит к браку, к уменьшению выхода целевых продуктов. Лаборант должен постоянно совершенствовать свои знания, осваивать новые приборы, методы испытания. Лаборант должен знать устройство и правила обращения с лабораторным оборудованием, следить за его исправностью, докладывать старшему по смене о всех замеченных отклонениях, аккуратно записывать в рабочие журналы данные по анализам. При приеме и сдаче смены особое внимание необходимо обращать на правильный учет и хранение драгоценных материалов, ядовитых веществ.

Анализы в лаборатории должны выполняться в строгом соответствии с нормативной документацией.

Несмотря на внедрение автоматических анализаторов качества, доля ручного труда лаборантов на заводах достаточно высока. За счет постоянного совершенствования практических навыков работы, распространения передовых приемов труда на различных операциях, совмещения аналитических операций имеется возможность постоянного повышения производительности труда лаборанта, повышения качества работы, экономии реагентов и материалов.

1.2. Мытье и сушка химической посуды

Стеклопосуда считается чистой, если при ополаскивании сначала водопроводной, а затем дистиллированной водой на внутренних стенках не остается капля, полос или струек.

Если посуда не загрязнена трудно растворимыми в воде веществами (жир, смола), ее достаточно промыть теплой водопроводной водой, а затем ополоснуть дистиллированной водой.

Для мытья посуды, загрязненной жировыми веществами, используют мыло, соду, 10%-ый раствор тринатрийфосфата. Пользоваться органическими растворителями (диэтиловый эфир, ацетон, спирты, петролейный эфир, бензин и др.) не рекомендуется из-за их токсичности.

Эффективным моющим средством является хромовая смесь (раствор бихромата калия в серной кислоте). Посуду сначала ополаскивают водой, наливают хромовую смесь до $\frac{1}{3}$ – $\frac{1}{4}$ объема сосуда и осторожно смачивают внутренние стенки. Сливают хромовую смесь в емкость, где она хранится, и через несколько минут промывают сосуд водопроводной, а затем дистиллированной водой. В пипетки хромовую смесь набирают только при помощи резиновой груши. Хранят ее в фарфоровых стаканах с крышками или

в колбах из химически стойкого стекла, помещенных в сосуд из кислотоупорного материала, например, винипласта.

Сильно загрязненную посуду можно отмыть царской водкой – смесью азотной и соляной кислот (1 : 3 по объему).

Если для мытья посуды использовали раствор концентрированной щелочи, необходимо тщательно промыть ее водой.

Мытье посуды из-под нефтепродуктов, реагентов, селективных растворителей и т.п. разрешается только в моечном помещении. Сдавать на мойку посуду из-под концентрированных кислот и других едких и ядовитых веществ можно после полного ее освобождения и нейтрализации.

Для мытья применяют щетки, ерши, пользоваться которыми следует осторожно, чтобы не выбить дно или не поцарапать стенки.

Посуду моют сразу по окончании работ, надевая фартук, перчатки, защитные очки (маску).

Сушат посуду на воздухе, используя расположенные над раковинами доски с колышками. Для ускорения сушки применяют сушильные шкафы, где поддерживается температура 100 - 120⁰ С, или продувку воздухом из линии через шланг.

Сухая чистая посуда должна храниться в шкафах и ящиках. [4, 91].

1.3. Титрованные растворы, индикаторы, титрование

Растворы точно известной концентрации называют титрованными.

Титром раствора называют число граммов растворенного вещества в 1 мл раствора.

Приготовление растворов точной концентрации затруднительно, поэтому в лабораторной практике готовят растворы приблизительной концентрации, определяя практический титр и поправочный коэффициент этих растворов.

Поправочным коэффициентом называют отношение титра практического к титру теоретическому. Например, если титр 0,1 М раствора HCl по 0,1 М раствору КОН оказался равным 0,00354 г HCl, то $K = 0,00354/0,00364 = 0,972$, где 0,00364 г титр теоретический 0,1 М раствора HCl.

Приливание титрованного раствора к раствору определяемого вещества называют титрованием.

При постепенном смешении реагирующих веществ вблизи точки эквивалентности (окончания реакции) резко изменяется их концентрация. Поэтому резко изменяются физико-химические свойства раствора. Скачок в изменении свойств фиксируется либо с помощью физического прибора, либо с помощью химического реагента – индикатора (вещества, меняющего свою окраску). Изменение окраски индикатора зависит от изменения концентрации ионов водорода. Так, индикатор лакмус в воде имеет фиолетовый цвет, при подкислении раствора цвет становится красным, а в щелочной среде – синим.

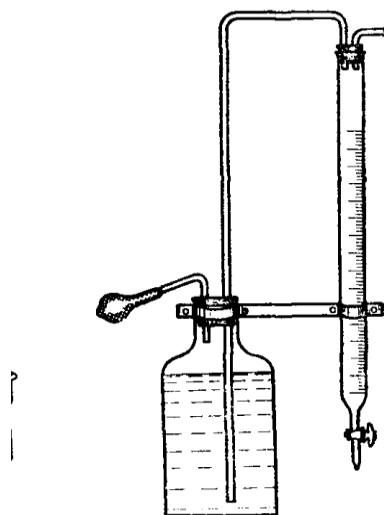
Для каждого конкретного случая титрования подбирают индикатор, позволяющий фиксировать точку эквивалентности в различных областях водородного показателя среды pH. Концентрация ионов H⁺ и OH⁻ в водном растворе одинакова, а именно 10⁻⁷ моль/дм³; логарифм этого числа с обратным

знаком называют водородным показателем и обозначают рН. Если $pH = 7$ - среда нейтральная, $pH < 7$ – кислая, $pH > 7$ – щелочная. В таблице 1 приведены наиболее часто используемые индикаторы. Титрование проводят на специальном столике при хорошем дневном освещении. Бюретку (рис.1) наполняют титрованным раствором (титрантом) выше верхней черты *a*, открывают спускной кран и устанавливают уровень на нулевой отметке по нижнему мениску. Исследуемый раствор отмеряют пипеткой и переносят в коническую колбу. Добавляют несколько капель раствора индикатора. Постепенно приливают титрант из бюретки до изменения окраски раствора в колбе. В конце титрования рабочий раствор добавляют по каплям. Для получения точного результата титрование повторяют несколько раз. Это прямое титрование. [4, 88].

Таблица 1

Индикаторы, используемые при титровании

Наименование индикаторов	Концентрация, применяемая при анализе	Титрант	Переход окраски	Определяемые вещества и характеристики
Фенолфталеин (ГОСТ 5850-72)	1%-ный спиртовой раствор	0,5 н. NaOH	От бесцветной к розовой	Ароматические углеводороды (ГОСТ 6994-74); мыла нафтеновых кислот (ГОСТ 21103-75), водорастворимые щелочные соединения (ГОСТ 5985-79)
Нитрозиновый желтый	0,5%-ный водный раствор	0,5 н KOH	От желтой к зеленой	Кислотность и кислотное число (ГОСТ 5985-79)
Метиловый оранжевый (ГОСТ 10816-64)	0,05%-ный водный раствор 0,02%-ный водный раствор	0,5 н. HCl	От желтой к розовой	Сера при сжигании в лампе (ГОСТ 18121-72) Водорастворимые кислоты (ГОСТ 6307-75)
Метиловый красный Метиленовый синий	0,2%-ный спиртовой раствор 0,1%-ный спиртовой раствор	0,02 н. NaOH	От фиолетовой к ярко-зеленой	Сера (ускоренный метод, ГОСТ 1437-75)
Ксиленоловый оранжевый в смеси с нитратом калия (1 : 100)	Насыщенный водный раствор	0,01 М ЭДТА	От сиреневой к желтой	Свинец (комплексометрическое титрование, ГОСТ 13210-72)
Крахмал	0,5%-ный раствор свежеприготовленный	0,1 н. сульфата натрия	Исчезновение синевато-фиолетовой окраски	Иодное число (ГОСТ 2070-82)
Дифенилкарба-зид (ГОСТ 5859-78)	1%-ный спиртовой раствор	0,01 н. Hg(NO ₃) ₂	От бесцветной к слабо-розовой	Хлориды (ГОСТ 21534-76)
Натрия родизонот	0,2%-ный водный раствор	-	-	Свинец (качественный метод, ГОСТ 7978-74)



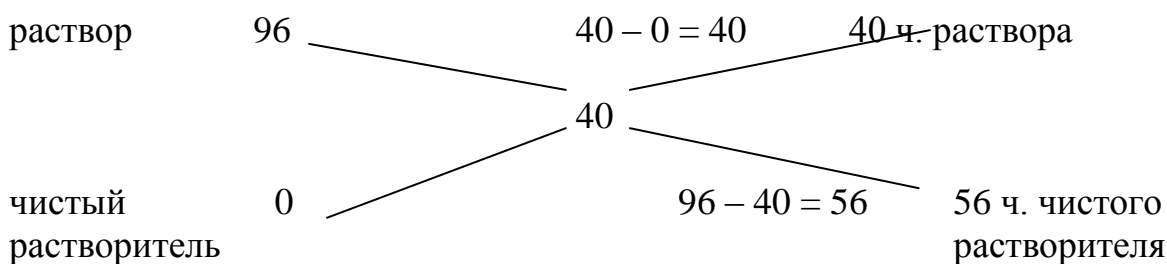
**Рис.1. Наполнение бюретки для титрования
(ГОСТ 25336 – 82)**

Помимо прямого титрования существует обратное титрование. В этом случае к исследуемому раствору прибавляют в избытке новое вещество, вступающее в реакцию с анализируемым раствором. Избыток добавляемого вещества титруют рабочим раствором.

Иногда титрованные растворы требуется разбавлять. При этом удобно использовать, так называемое, правило креста. Рассмотрим три варианта этого правила.

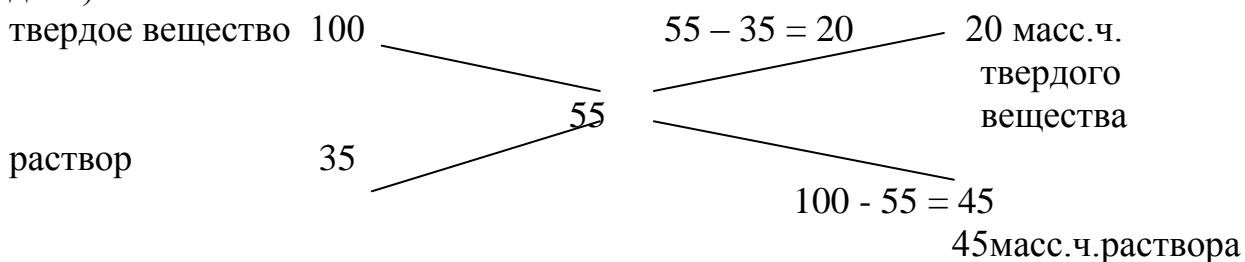
Вариант 1. Разбавление чистым растворителем:

концентрация исходных растворов, % требуемая концентрация, % (массовая доля) следует смешивать



Вариант 2. Добавление твердого вещества:

концентрация исходных растворов, % (массовая доля) требуемая концентрация, % (массовая доля) следует смешивать



Вариант 3. Смешивание растворов:

концентрация исходных растворов, % (масс.доля)		требуемая концентрация, % (масс. доля)		следует смешивать
раствор 1	95	60	$60 - 40 = 20$	20 ч. раствора
раствор 2	40		$95 - 60 = 35$	35 ч. раствора

Расчет концентрации по правилу креста не отличается точностью, и пользоваться этим правилом можно лишь для приготовления растворов приблизительной концентрации.

Пример 1. Приготовить 1 дм³ 1 М водного раствора Na₂CO₃.

Определим молярную массу соды. Относительные молекулярные массы атомов Na – 23; С – 12; О – 16; относительная молекулярная масса соды $23 \cdot 2 + 12 + 16 \cdot 3 = 106$. Следовательно, в 1 дм³ раствора должно содержаться 106 г соды.

Иногда для быстрого приготовления растворов кислот, щелочей и солей определенной концентрации применяются фиксажи. Они представляют собой запаянные ампулы, в которых находятся точно отвешенные количества реактива точной концентрации.

Для приготовления растворов разбивают при помощи бойка ампулу в утонченных местах, при этом жидкость выливается или кристаллы высыпаются в мерную колбу.

1.4. Сборка лабораторных установок

Для сборки различных химических приборов применяют стандартные детали: конусы, переходы, насадки, изгибы, аллонжи (рис. 2). В местах соединения аппаратов применяют шлифы. Промышленность выпускает нормальные конусные шлифы, которые имеют точно определенные стандартные размеры и обозначения номерами. Номер шлифа указывает на его наибольший диаметр.

При сборке керн должен легко вращаться в муфте, не покачиваясь. Новые шлифы часто необходимо притирать в стеклодувной мастерской. Во избежание заклинивания наносят тонкий слой смазки или используют сферические шлифы.

При сборке аппаратуры применяют различные пробки.

Резиновые пробки выпускают диаметром от 3,0 до 91,0 мм (номера с 5 по 100), корковые – от 6,0 до 70 мм. Корковая пробка должна быть несколько большего размера, чем горловина посуды. Подбранную пробку обжимают жомом. Недостатком корковых пробок является их малая стойкость к

кислотам, щелочам и другим реактивам, поэтому их обрабатывают специальными растворами, например, смесью глицерина и желатина, а потом расплавленной смесью парафина и вазелина.

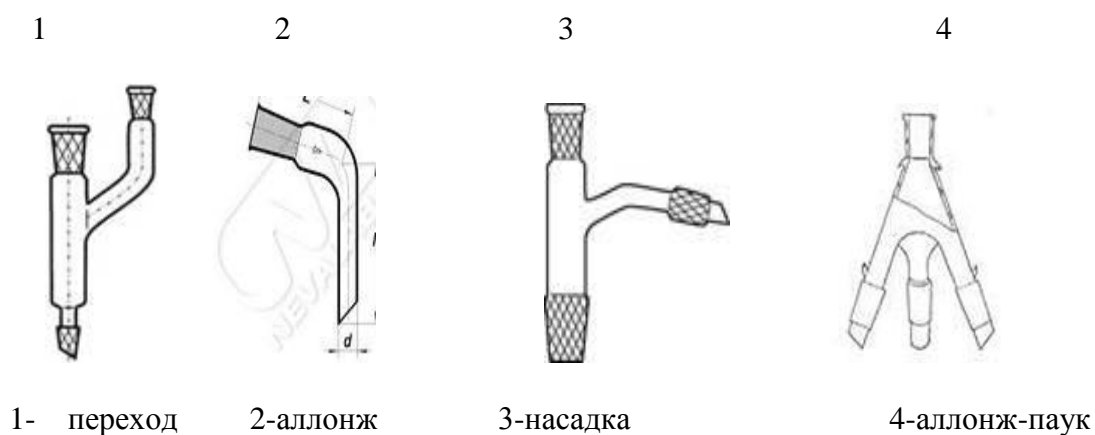
Резиновые пробки прочнее корковых, однако они не применимы для веществ, взаимодействующих с резиной.

Полиэтиленовые пробки нельзя нагревать до температуры выше 70°C , не допускается также их соприкосновение с концентрированными кислотами, пероксидом водорода, тетрахлоридом углерода, сероводородом.

Для обеспечения гибких соединений используют шланги.

Шланги из резины различных диаметров бывают простые и вакуумные (толстостенные). Их применяют для подачи воды, растворителей, газов, не взаимодействующих с резиной. Шланги с трещинами, потерявшие эластичность, выбрасывают. Новые шланги очищают изнутри от талька ватным тампоном, смоченным спиртом.

Конец стеклянной трубки, на которую надевают шланг или пробку, смачивают водой, глицерином, вазелином. Концы трубки должны быть оплавлены, держать ее необходимо близко к тому концу, на который надевают шланг или пробку, используя полотенце.

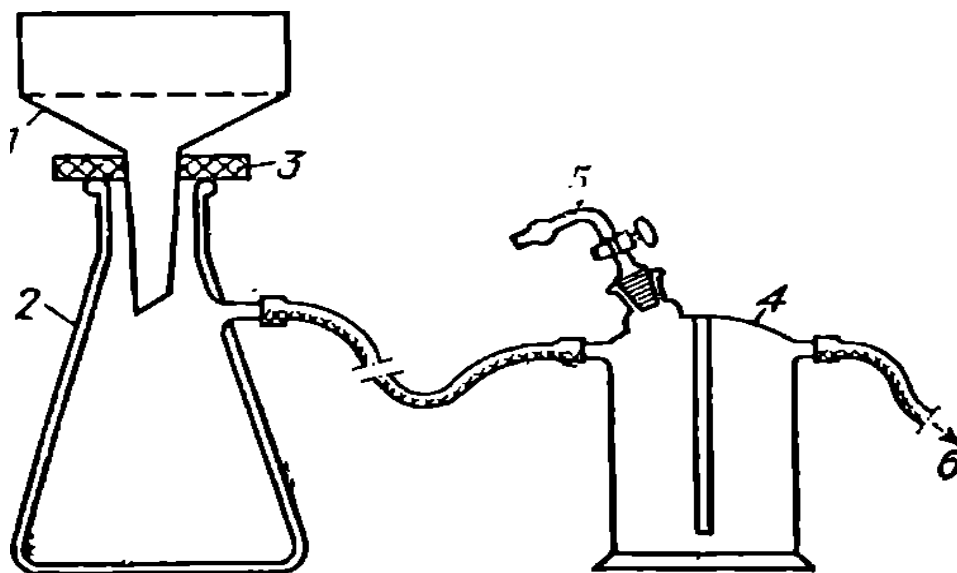


**Рис. 2. Стандартные детали для лабораторных установок
(ГОСТ 25336 – 82)**

При сборке установок применяют штативы с лапками, муфтами, кольцами. Лапки и кольца должны иметь войлочные или резиновые прокладки. Не следует затягивать винты лапок во избежание поломок.

1.5. Фильтрация

Фильтрация – распространенный способ механического разделения смеси на жидкую и твердые фазы. Иногда для осветления жидкости фильтрация повторяют. Вещества, имеющие при обычной температуре высокую вязкость, фильтруют в горячем состоянии. Для увеличения скорости фильтрации проводят под вакуумом или под давлением.



**Рис. 3. Прибор для фильтрации под вакуумом
(ГОСТ 25336 – 82)**

1 – воронка Бюхнера; 2 – колба Бунзена; 3 – кольцо из вакуумной резины; 4 – предохранительная склянка Тищенко; 5 – кран для впуска воздуха; 6 – к вакуумному насосу.

Для изготовления простого фильтра квадратный кусок фильтровальной бумаги определенного размера (в зависимости от объема осадка и размера воронки) складывают в четыре раза (по диагонали), затем ножницами обрезают по окружности.

Воронку вставляют в кольцо, укрепленное на штативе, в нее кладут фильтр и слегка смачивают его чистым растворителем. Фильтр следует укладывать в воронку так, чтобы край его не доходил до края воронки на 3 – 5 мм.

Жидкость осторожно сливают на фильтр при помощи стеклянной палочки. Осадок на фильтре промывают водой или растворителем. В полноте отмывки убеждаются проверкой на наличие ионов в последней порции промывной жидкости.

Прибор для фильтрации под вакуумом (рис. 4) состоит из фарфоровой или стеклянной воронки с перегородкой (воронка Бюхнера или Шотта) и колбы Бунзена. Между вакуумным насосом и колбой устанавливают предохранительный сосуд – склянку Вульфа или Тищенко, предохраняющий насос от попадания жидкости.

При фильтровании под вакуумом, смочив фильтровальную бумагу на воронке растворителем, включают насос и проверяют положение фильтра. Если фильтр положен правильно, слышится спокойный шумящий звук; если же фильтр положен неплотно и происходит подсос воздуха, слышится свистящий звук. Края неплотно положенного фильтра прижимают пальцем к сетчатой перегородке пока свистящий звук не прекратится.

Из фильтровальных материалов наибольшее распространение имеет фильтровальная бумага, обычная (ГОСТ 12026-76) и беззольная (ТУ 6091678-77). На каждой пачке указывается масса золы фильтра. Если после запятой

стоят четыре нуля, такая фильтровальная бумага считается беззольной. Приняты следующие обозначения фильтровальной бумаги: розовая (или красная) лента – быстروفилтрующие фильтры, синяя лента – баритовые плотные фильтры, белая лента – средней проницаемости, желтая лента – обезжиренные фильтры.

1.6. Нагревание и охлаждение

Нагревание. Для нагревания используют газовые горелки, электрические плиты, муфельные, тигельные, трубчатые электрические печи сопротивления, бани и термостаты, сушильные шкафы.

При работе с нефтепродуктами применяют электроплиты с закрытой спиралью, они обеспечивают нагревание до 400°C .

Для круглодонных колб применяют специальные колбонагреватели.

Для равномерного нагрева, поддержания постоянной температуры применяют следующие бани: водяную (98°C), масляную ($180 - 200^{\circ}\text{C}$), трикрезолфосфатную (250°C), парафиновую (200°C), свинцовую, сплав Вуда ($250 - 300^{\circ}\text{C}$), песочную (400°C).

Электрические сушильные шкафы снабжены терморегуляторами, позволяющими поддерживать заданную температуру в пределах $\pm 5^{\circ}\text{C}$. В некоторых конструкциях сушильных шкафов предусматривается их вакуумирование, заполнение инертным газом, что бывает необходимо для проведения специальных работ.



Рис. 4. Эксикатор
(ГОСТ 25336 – 82)

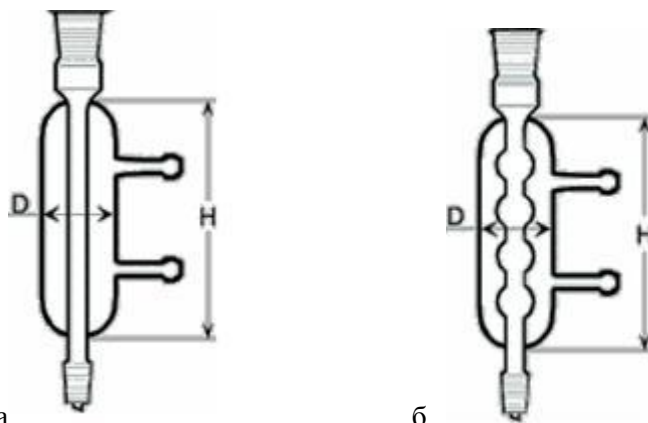


Рис. 5. Холодильники:
(ГОСТ 25336 – 82)

а – прямой; б – обратный шариковый

Если требуется соблюдение очень точной температуры в течение длительного времени, применяют электрические термостаты, в которых нагревается и поддерживается при заданной температуре вода или другая жидкость. Термостат совмещается с мешалкой, обеспечивающей равномерный нагрев всей массы жидкости, и с терморегулятором, поддерживающим заданную температуру с точностью до $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$.

Для прокаливания осадков, разложения некоторых веществ требуются высокие температуры, которые достигаются в тигельных, шахтных, трубчатых или муфельных печах.

В печах с нихромовым нагревателем достигается максимальная температура 800-900⁰ С, с платиновым нагревателем – 1000-1100⁰ С.

Для хранения прокаленных осадков, для высушивания влажных веществ служат эксикаторы (рис. 4). На дно эксикатора помещают вещества, поглощающие влагу (хлорид кальция и др.). Для высушивания под вакуумом применяют вакуум-эксикаторы, которые снабжены стеклянными трубками с краном, к которым присоединяют вакуум-насос. Крышки и края эксикатора смазывают вазелином для плотного прилегания.

Охлаждение. Чаще всего необходимо охлаждать и конденсировать пары жидкостей при перегонке, экстрагировании. Для этого служат водяные холодильники различной конструкции (рис. 5). Воду в холодильник направляют снизу.

Для получения температур ниже 0⁰ С пользуются охлаждающими смесями, бытовыми холодильниками, криостатами. Наиболее распространенными и легкодоступными являются следующие охлаждающие смеси:

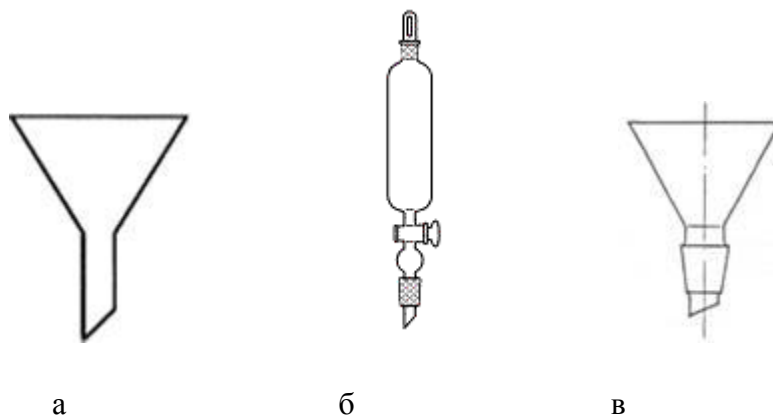
1. Смесь из 3 частей снега или толченого льда и 1 части поваренной соли;
2. Жидкий азот, не содержащий примесей. Жидкие газы, в том числе жидкий азот, хранят и перевозят в сосудах Дьюара. Они представляют собой или стеклянные двухстенные сосуды различной формы, пространство между стенками эвакуировано, а стенки сосудов посеребрены или же металлические сосуды;
3. «Сухой лед» - диоксид углерода, хранят в тканевых мешках или хорошо изолированном ящике. «Снег» из диоксида углерода получают при быстром выпуске газа из баллона в специально приспособленный мешок. Обращаться с охлаждающими смесями необходимо осторожно.

1.7. Экстрагирование

Экстрагированием (извлечением) называют способ разделения или очистки веществ, основанный на различной растворимости в растворителе.

Экстрагирование широко применяют при анализе нефтепродуктов, например, при определении термоокислительной стабильности масел, при определении водорастворимых кислот и щелочей нефтепродуктов.

В простейшем случае измельченную смесь твердого вещества тщательно перемешивают с растворителем, а затем проводят фильтрование или декантацию (сливание жидкости с отстоявшегося осадка).



**Рис. 6. Воронки:
(ГОСТ 25336 – 82)**

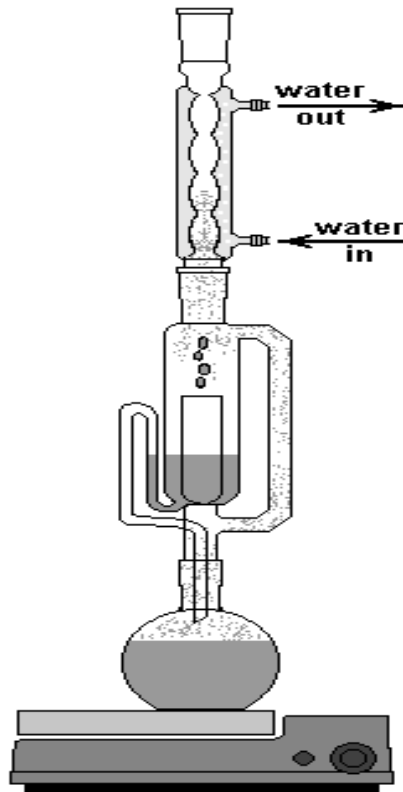
а – лабораторная; б – делительная; в, – для фильтрации

Экстрагирование из жидкостей проводят в конических делительных воронках (рис. 6). Исходный раствор и растворитель наливают примерно на $\frac{2}{3}$ и, придерживая пробки и кран руками, осторожно несколько раз переворачивают воронку.

При этом часто возникает необходимость выпустить образовавшийся газ.

После полного расслоения пробку вынимают и нижний слой сливают через кран.

Для повышения растворимости извлекаемого вещества в растворитель вносят, в зависимости от конкретных условий, различные добавки: соли, спирты, щелочи, кислоты и т.д. Для повышения эффективности разделения или очистки веществ при помощи экстрагирования, его проводят при повышенных температурах, обрабатывая смесь небольшими порциями горячего растворителя. Об окончании экстрагирования судят по отсутствию остатка при упаривании досуха на часовом стекле нескольких капель экстракта или используя индикаторы. Экстрагирование можно проводить в аппарате Сокслета (рис. 7), дающем возможность использовать легкоиспаряющиеся растворители, пары которых благодаря обратному холодильнику конденсируются и стекают в резервуар 3 с экстрагируемым материалом; извлечение происходит непрерывно. [5, 114].



**Рис. 7. Аппарат Сокслета
(ГОСТ 25336 – 82)**

1 – колба с растворителем; 2 – трубка для подъема паров растворителя; 3 – резервуар для экстрагируемого вещества; 4 – обратный холодильник; 5 – трубка для стока экстракта

1.8. Измерение и регулирование температуры

В жидкостных термометрах, применяемых при анализах нефтепродуктов, используют тепловое расширение жидкости: ртути, спирта, полиэтиленсилоксана, керосина и др.

Ртутные термометры применяются до 800°C . Пространство в капилляре над ртутью заполнено инертным газом для повышения давления. Лабораторные термометры изготовляют с большой длиной градусного интервала и малой ценой деления (до $0,01^{\circ}\text{C}$). При температурах ниже -35°C используют спиртовые, толуольные и другие термометрические жидкости, так как температура застывания ртути $-38,97^{\circ}\text{C}$. Рабочие зоны толуола от -80 до $+100^{\circ}\text{C}$, спирта этилового – от -110 до $+70^{\circ}\text{C}$, керосина – от -20 до $+250^{\circ}\text{C}$, петролейного эфира – от -120 до $+25^{\circ}\text{C}$.

Основные данные ртутных термометров приведены в таблице 2.

Основные данные ртутных термометров

Термометр	Тип	Пределы измерения температуры, °С	Цена деления шкалы, °С	Поправки к показаниям (°С) в интервале			
				0-100	101-200	201-300	301-360

Для определения температуры вспышки в тигле:
закрытом

ТН-1:

№ 1

0 – 170

1

±1

±2

±3

-

№ 2

130 – 300

1

±1

±2

±3

±4

открытом

ТН-2

0 – 360

1

±1

±2

±3

±4

Для определения вязкости

ТН-3:

№ 1

0 – 60

0,5

±1

±1

±1

±1

№ 2

50 – 110

0,5

±1

±1

±1

±1

Температура каплепадения

ТН-4:

№ 1

0 – 150

1

±1

±2

-

-

№ 2

100 – 250

1

±1

±2

-

-

Температура застывания

ТН-6

-30 – 60

1

±1

±1

±1

±1

Для плавления парафинов

ТН-5

30 – 100

0,2

±0,2

±0,2

±0,2

±0,2

Для разгонки нефтепродуктов

ТН-7

0 – 360

1

±1

±2

±3

±4

Для нефтепродуктов, низкоградусный

ТН-8

- 80 – 60

1

-

-

-

-

(толуольный)

Если условия применения термометра не совпадают с условиями их градуировки на заводе-изготовителе (различная глубина погружения или температура окружающего воздуха отличается от +20°С), вводят поправку на «выступающий столбик».

Кроме жидкостных термометров применяют термометры сопротивления, терморезисторы и термоэлектрические термометры. Принцип действия термометров сопротивления основан на изменении электрического сопротивления металлов в зависимости от температуры. Полупроводниковые сопротивления (терморезисторы, термисторы) предназначены для измерения и регулировки температуры. В термоэлектрических термометрах (термопарах) используют термоэлектродвижущую силу, возникающую в спае двух разнородных проводников. Термопару присоединяют к регистрирующему или регулирующему потенциометру. В качестве измерительного прибора

используют также милливольтметры. Применяют термопары платинородий – платина ТПП (0 - + 1300), хромель – алюмель ТХА (-20 - + 1000), хромель – копель ТХК (-200 - + 600).

Для регулировки и сигнализации заданной температуры применяют термометры различных конструкций: электроконтактные, термоконтатные. В контактном термометре внутри капилляра находится проволока, которая передвигается вращением магнитной головки. Конец проволоки устанавливают на нужную температуру. По достижении заданной температуры ртутный столбик замыкает электрическую цепь между подвижным и неподвижным контактами – реле выключает нагревательный элемент.

1.9. Электрические и оптические приборы

Для измерения силы и напряжения тока применяют амперметры и миллиамперметры, вольтметры и милливольтметры, а для измерения очень малых токов – гальванометры и мостовые схемы. Класс точности приборов определяется отношением абсолютной погрешности (разность между показанием прибора и действительным значением) к верхнему пределу измерения и выражается в процентах.

Если вольтметр имеет шкалу на 3 В и дает абсолютную ошибку 0,12 В, то класс точности $(0,12 : 3) \cdot 100 = 4\%$.

При оптических (колориметрических, фотометрических, фотоэлектрических) методах анализа используют приборы, в которых визуально или с помощью измерительного устройства (диафрагма, реостат и т.п.) устанавливают интенсивность поглощения света. Анализ основан на переводе определяемого элемента в окрашенное соединение и измерении оптической плотности полученного раствора. Затем по калибровочному графику определяют состав раствора.

В фотоэлектроколориметре ФЭК-М (рис. 8) луч света от лампы, пройдя линзы, светофильтры, кювету с анализируемым раствором и диафрагму, попадает на фотоэлемент. В фотоэлементе – пластинке со специально нанесенными веществами – под действием энергии излучения возникает э.д.с., измеряемая гальванометром. Светофильтры при помощи переключателя подбирают в зависимости от свойств анализируемого раствора.

Лабораторные рН-метры (ЛПУ-01, рН-12,1 и др.) предназначены для определения концентраций различных ионов, а также могут быть использованы в качестве высокоомного нуль-индикатора и милливольтметра (рН=12,1) [4, 150].

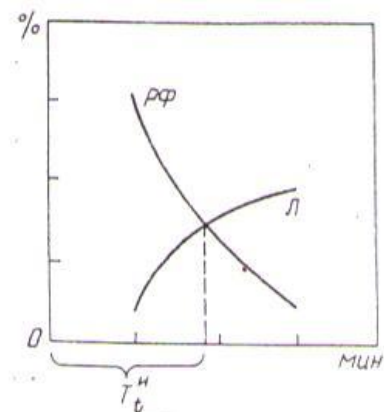


Рис. 8. График зависимости содержания рабочей фракции (РФ) и склонности к образованию лака (Л) от времени

Контрольные вопросы

1. Что используют для мытья химической посуды, загрязненной жировыми веществами?
2. Что такое прямое и обратное титрование?
3. Что такое точка эквивалентности?
4. Какие индикаторы используют при титровании?
5. Какие типы фильтровальной бумаги используют для титрования?
6. Устройство аппарата Сокслета для экстрагирования.

2. Основные условия безопасной работы в лаборатории

2.1. Общие положения

В химических лабораториях проводят работы, связанные с применением горючих и легковоспламеняющихся нефтепродуктов, сильных кислот, ядовитых веществ. В лаборатории применяют различные механизмы, электрические приборы и оборудование, неумелое обращение с которыми может привести к тяжелым травмам.

На все виды работ разработаны специальные инструкции, которые должны находиться на рабочих местах. Лаборант допускается к самостоятельной работе после прохождения инструктажа по технике безопасности, пожаро- и газобезопасности в отделе техники безопасности, изучения инструкций и стажировки на рабочем месте и проверки полученных знаний комиссией.

Лаборант несет ответственность за нарушение правил безопасности, изложенных в инструкциях. Нарушением правил безопасности считается: выдача руководителем распоряжений, противоречащих инструкциям, самостоятельное возобновление остановленных работ, непринятие мер по устранению нарушений правил и инструкций как самим рабочим, так и другими лицами в их присутствии, использование не по назначению пожарного инвентаря и средств индивидуальной защиты.

Вход в помещение лаборатории посторонним лицам запрещается.

На территории завода разрешается ходить только по пешеходным дорожкам с твердым покрытием и освещенным в ночное время.

Нельзя выносить за пределы завода спецодежду, спецобувь, спецмолоко и индивидуальные средства защиты: противогаз, фартук, резиновые перчатки, очки.

Места, где возможно выделение или скопление газов, называют газоопасными. К ним относятся лотки, колодцы, резервуарные парки, различные углубления. Работу в газоопасных местах проводят по специальным инструкциям.

На всей заводской территории и в помещениях (за исключением специально отведенных мест) запрещается применение открытого огня и курение. Запрещается сушить спецодежду на горячих поверхностях трубопроводов. Для этого предназначены сушилки. Прием пищи и молока разрешается только в специальной комнате.

Работник, обнаруживший несчастный случай, должен сообщить об этом администрации, в здравпункт или газоспасательной службе (при отравлении) и приступить к оказанию помощи пострадавшему.

Помещения лабораторий оборудуются фекальной и промышленной канализацией. На выпусках в колодцы имеются гидравлические затворы для предотвращения попадания газов из канализационной сети в помещение и распространения огня при загорании.

Слив в фекальную канализацию химических веществ не допускается. Не допускается спуск в промышленную канализацию токсичных, пожаро- и

взрывоопасных веществ, кислот, щелочей, а также потоков, смешение которых может привести к реакциям, сопровождающимся выделением тепла, токсичных газов и т.д.

При неисправной канализации работа запрещается [4, 191].

2.2. Вентиляция и отопление

Вентиляция бывает естественной (воздух поступает через окна, двери, аэрационные фонари, дефлекторы) и искусственной (воздухообмен осуществляется при помощи приточных и вытяжных вентиляторов).

Вентиляция включается за 15 мин. до начала работы. При неисправной вентиляции работать запрещается.

Все операции, сопровождающиеся выделением вредных паров и газов, проводят в вытяжных шкафах. Скорость всасывания воздуха в сечение открытого окна шкафа – 0,5–0,7 м/с, а при работе с особо вредными веществами (ртуть, сероводород и др.) – 1–1,5 м/с. Воздуховоды и стенки вытяжных шкафов не реже одного раза в месяц должны очищаться от отложений. Светильники внутри вытяжных шкафов должны быть во взрывозащищенном исполнении, а выключатели, розетки, ЛАТРы устанавливаются вне шкафа. Дверцы вытяжных шкафов должны быть по возможности закрытыми.

Лаборант должен четко знать расположение кнопок включения и выключения вентиляторов.

Для поддержания нормальной температуры в рабочих комнатах (18 - 21⁰ С) кроме батарей центрального отопления, воздух нагревают в калориферах систем приточной вентиляции. Подогрев или охлаждение воздуха осуществляется также при помощи кондиционеров.

2.3. Условия пожарной безопасности

Каждое помещение лаборатории обеспечивается первичными средствами пожаротушения: песком, кошмой или асбестовым одеялом, пенным или углекислотным огнетушителями. Количество легковоспламеняющихся и горючих жидкостей в рабочих помещениях не должно превышать суточной потребности. Эти жидкости должны храниться в герметичной таре, в специальном металлическом ящике с плотно закрывающейся крышкой, стенки и дно которого выложены асбестом. Ящик должен быть установлен на полу вдали от выходов нагревательных приборов с удобным подходом к нему.

Запрещается мыть пол бензином, керосином и другими легковоспламеняющимися жидкостями, оставлять неубранным разлитый нефтепродукт, проводить его уборку при горящих горелках, оставлять без присмотра рабочее место при работах, связанных с огневым нагревом. Грязную ветошь собирают в ведро с плотной металлической крышкой.

2.4. Работа с ядовитыми веществами и селективными растворителями

К ядовитым веществам относятся цианистые, мышьяковистые, ртутные, свинцовые соединения, метиловый спирт, оксид углерода, хлор, дымящие кислоты, дихлорэтан и др.

К селективным растворителям относятся нитробензол, анилин, фурфурол, фенол, толуол, метилэтилкетон (МЭК).

Работу с ядовитыми веществами и селективными растворителями следует производить только в вытяжном шкафу, причем предварительно нужно убедиться в исправности тяги. Дверцы вытяжного шкафа должны быть закрыты. При попадании капель на спецодежду необходимо переодеться.

Получение ядовитых веществ и расходование оформляется в журнале учета.

Вентиляционная система помещения, где ведутся работы с такими веществами, не должна быть связанной с другими помещениями.

Отработанные ядовитые вещества необходимо сливать в специально отведенное место вне помещения лаборатории. Слив в общую канализацию запрещается.

Хранить ядовитые вещества необходимо в герметически закрытой посуде или при строгом учете и контроле. На посуде должна быть этикетка с пометкой «яд».

Работать с ядовитыми веществами разрешается только в резиновых перчатках, надетых под рукава халата. После работы, не снимая перчаток, необходимо промыть их водой, снять перчатки, тщательно вымыть руки водой с мылом.

Бумагу, тряпки, пропитанные ядовитыми веществами, необходимо складывать в специальное ведро с крышкой (ведро должно стоять в вытяжном шкафу). После окончания смены ведро вынести в специально отведенное место.

При разливе ядовитых веществ и селективных растворителей старший по смене организует уборку с использованием средств индивидуальной защиты: противогаза марки БКФ, резиновых перчаток, фартука, резиновых сапог, сообщает о случившемся руководству лаборатории и в газоспасательную службу.

Ядовитые вещества, проникая в организм человека через кожу или дыхательные пути, вызывают отравления. Признаками отравления являются слабость, головная боль, головокружение, резь в глазах, удушье, тошнота, рвота. При острых отравлениях наблюдается потеря сознания, остановка дыхания, судороги.

При первых признаках отравления пострадавшего следует вывести из загазованного помещения, обеспечить доступ свежего воздуха, напоить молоком или чаем, вызвать скорую помощь. В случае потери сознания дать понюхать нашатырный спирт, до прибытия врача делать искусственное дыхание. При попадании ядовитых веществ и селективных растворителей на кожу пораженный участок тщательно обмыть теплой водой с мылом, обратиться к врачу. Капли анилина следует снять ватой или фильтровальной

бумагой, а затем облитый участок кожи промыть 15%-ной уксусной кислотой и водой.

При попадании растворителя в глаза их промывают, погрузив лицо в воду, часто моргая, после чего следует обратиться к врачу.

При разливе этилированного бензина рабочее место обрабатывают кашицей хлорной извести, затем керосином [1, 19].

2.5. Работа с металлической ртутью

Ртуть хранят в толстостенной посуде с притертыми пробками или в железной посуде (с герметическими пробками), устанавливаемой на противнях. Стеклопая тара для ртути должна иметь вместимость не более 500 см³.

Работу с ртутью проводят в отдельном специально оборудованном помещении. Право открывать сосуд с ртутью предоставляется только специально выделенному для этого обученному работнику.

Если при разборке аппаратов будут обнаружены амальгамированные детали (соединения ртути с металлами), то хранить их следует в специальных сосудах, заполненных водой, только в том помещении, где разбирают аппарат.

В барометрах и вакуумметрах, где ртуть находится в открытых сосудах, необходимо для предотвращения испарения заливать ее слоем чистого глицерина толщиной 1 – 2 мм.

Запрещается брать ртуть в руки, а также отсасывать или нагнетать воздух в аппарат ртом.

Ртуть для работы в лаборатории должна выдаваться только с разрешения начальника лаборатории, в количестве, не превышающем дневную потребность. В лаборатории ртуть необходимо хранить в вытяжном шкафу.

Стол, на котором работают со ртутью, должны быть снабжены бортами высотой не менее 1 см и иметь отверстия для ее стока, не должны иметь ящиков, шкафчиков. Рабочая поверхность стола должна быть покрыта линолеумом. Под отверстиями стока должен быть установлен сосуд с водой, который надо ежедневно освобождать от собранной ртути.

Выступающие стеклянные части аппаратуры для предупреждения поломок и проливания ртути должны иметь ограждения. Наполнение приборов или аппаратов ртутью следует проводить только на противнях, под наблюдением ответственного лица, внутри вытяжных шкафов.

Пролитая ртуть должна быть немедленно и тщательно собрана в герметичный стеклянный баллон или эмалированную стеклянную посуду. При этом необходимо пользоваться резиновой грушей, водоструйным вакуумным насосом. Полноту сбора проверяют с помощью лупы. Удалять с пола остаточную ртуть необходимо ветошью, смоченной 20%-ным раствором перхлората железа.

В процессе работы и по окончании ее необходимо очищать рабочее место и аппаратуру от мельчайших капель ртути. Необходимо ежедневно проводить влажную уборку помещения. Пол, стены, столы и другую мебель предварительно обмывают мыльной водой, затем протирают 20%-ным раствором перхлората железа, после чего повторно обмывают мыльной водой.

Не реже одного раза в 2 недели следует проводить в помещении анализ воздуха на содержание в нем паров ртути. При обнаружении в воздухе паров ртути повышенной концентрации необходимо провести уборку и дополнительные анализы воздушной среды.

Для сливания загрязненной ртути должна иметься банка с водой, закрытая каучуковой пробкой.

В помещении, где работают со ртутью, запрещается хранение и прием пищи. Перед приемом пищи работающие со ртутью должны снять спецодежду, вымыть руки теплой водой с мылом и щеткой, тщательно прополоскать рот слабым раствором марганцевокислого калия (розового цвета) и почистить зубы.

После окончания работы рабочий обязан снять спецодежду, очистить ее при помощи пылесоса или ручных мехов, убрать в шкаф, прополоскать рот слабым раствором марганцевокислого калия, принять душ.

2.6. Работа с электронагревательными приборами

Электрический ток может вызвать у человека электрический удар, электротравму, может привести к загоранию. При работе с электронагревательными приборами необходимо соблюдать следующие правила: включать приборы в сеть, напряжение которой соответствует напряжению прибора; проверить исправность розетки, штепсельной вилки, изоляции провода, заземления; проверить, хорошо ли уложена спираль в пазы керамики. Кожух прибора и нагреваемая посуда не должны касаться электроспирали. Между деревянной поверхностью и электронагревательным прибором должен лежать лист асбеста или керамика. Если включение производится через реостат или ЛПТР, они должны быть сначала выведены на нуль, а через некоторое время постепенно увеличивают накал. В случае попадания на прибор нефтепродукта, кислоты, раствора солей он должен быть немедленно выключен. При выключении электронагревательного прибора сначала выводят на нуль ЛАТР или реостат.

Неисправности приборов устраняют электрики, которые проверяют также полученные со склада новые приборы.

2.7. Оказание первой помощи пострадавшим

При поражении электрическим током необходимо немедленно прекратить контакт пострадавшего с электроприбором. Оказывающий помощь должен надеть резиновые перчатки, положить под ноги изолирующий коврик или кошму. Оттягивать пострадавшего от провода следует за концы одежды, не прикасаясь к телу незащищенными руками. Уложив пострадавшего и тепло укрыв, вызвать скорую помощь.

При отсутствии сознания у пострадавшего, но при наличии пульса и дыхания до прибытия скорой помощи освободить его от стесняющей одежды, дать понюхать нашатырный спирт с ватного тампона.

При тяжелых поражениях током, отравлениях, отсутствии признаков жизни немедленно приступить к искусственному дыханию.

Метод проведения искусственной вентиляции легких способом «рот в рот» или «рот в нос» заключается в следующем. Пострадавшего выносят на свежий воздух, кладут на спину, освобождают от сдавливающих частей одежды. При необходимости освобождают ротовую полость от инородных тел, повернув голову набок. Необходимо устранить западание языка. Оказывающий помощь большим и указательным пальцем закрывает носовые ходы пострадавшего, сделав глубокий вдох, производит короткий энергичный выдох в рот пострадавшего, при этом грудная клетка последнего должна приподняться. Выдох происходит за счет эластичности легкого. Когда зубы пострадавшего стиснуты, применяют способ «рот в нос». Если искусственное дыхание проводит один человек, необходимо сделать 2 вдувания, а затем 15 нажатий на грудину – закрытый массаж сердца (соотношение 2 : 15). Если помощь оказывают 2 человека, то один проводит дыхание, а второй массаж сердца (1 : 15). Он становится с левой стороны пострадавшего, ладонь накладывается на границе нижней и средней части грудины, вторую ладонь на первую под прямым углом. Грудину плавно смещают в сторону позвоночника на 4 – 5 см.

Контрольные вопросы

1. Что считается нарушением правил техники безопасности?
2. Обустройство вытяжных шкафов.
3. Какими средствами пожаротушения должно быть оборудовано помещение лаборатории?
4. Какие вещества относятся к ядовитым веществам?
5. Отличительная окраска газовых баллонов.
6. Оказание первой помощи пострадавшим.

3. Характеристика работ и обязанности лаборанта химического анализа

В соответствии с общими положениями Единого тарифно-квалификационного справочника лаборант химического анализа помимо работ, перечисленных в тарифно-квалификационной характеристике, присвоенного ему разряда должен знать:

- рациональную организацию труда на своем рабочем месте;
- правила технической эксплуатации и ухода за оборудованием, приспособлениями, инструментами, с которыми он работает;
- виды брака и причины, его порождающие;
- безопасные и санитарно-гигиенические методы труда, основные средства и приемы предупреждения и тушения пожаров на своем рабочем месте;
- производственную (должностную) инструкцию и правила внутреннего трудового распорядка;
- пути повышения эффективности производства – повышение производительности труда, улучшение качества выпускаемой продукции, экономия материальных ресурсов на участке, в бригаде, на своем рабочем месте, снижение себестоимости продукции, применение хозяйственного расчета, бригадных форм организации труда;
- назначение и порядок установления тарифных ставок, норм и расценок, установления технически обоснованных норм;
- формы и системы заработной платы, условия оплаты при совмещении профессий, особенности оплаты труда и распределения заработка в бригаде.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Александрова, Э.А., Гайдукова, Н.Г. Аналитическая химия. Теоретические основы и лабораторный практикум. М.: Колос, 2011.
2. Алексахин Ю.В. Общая химия. М.: Дашков и К., 2009.
3. Алов, Н.В. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2-х т.: Учебник/ Н.В. Алов.- М.: ИЦ Академия, 2012. – 768 с.
4. Валова (Копылова), В.Д. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: Практикум / (Копылова) В.Д. Валова – М.: Дашков и К, 2013. – 200 с.
5. Глубоков, Ю.М. Аналитическая химия: Учебник для студентов учреждений среднего профессионального образования / Ю.М. Глубоков, В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова; Под ред. А.А. Ищенко – М.: ИЦ Академия, 2013. – 320 с.
6. Жебентяев, А.И. Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа: Учебное пособие / А.И. Жебентяев. – М.: НИЦ ИНФРА-М, Нов. Знание, 2013. – 320 с.
7. Зенкевич, И.Г. Аналитическая химия. В 3-х т. Т.3 Химический анализ: Учебник для студ. высших учебных заведений / И.Г. Зенкевич. – М.: ИЦ Академия, 2013. – 368 с.
8. Иванова, М.А. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: Учебное пособие/М.А. Иванова. – М.: ИЦ РИОР, 2013. – 289 с.
9. Кристиан, Г. Аналитическая химия. В 2-х т. Аналитическая химия / Г. Кристиан. – М.: БИНОМ. ЛЗ, 2012. – 1128 с.
10. Отто М. Современные методы аналитической химии. Пер. с нем. М.: Техносфера, 2006.
11. Саенко, О.Е. Аналитическая химия: Учебник для средних специальных учебных заведений / О.Е. Саенко.- Рн/Д: Феникс, 2013. – 559 с.
12. Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия. Кн. 2 М.: Высшая школа, 2003. – 345 с.
13. Хаханина Т.И. Аналитическая химия. М.: Юрайт, 2012.
14. ГОСТ 25336-82. Посуда и оборудование, лабораторные, стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

Римма Павловна Арефьева
Александр Михайлович Корнев

ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Учебно-методическое пособие

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский Нижегородский
государственный университет им. Н.И. Лобачевского»
603960, Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23