

### Что следует знать, чтобы правильно работать с мерной посудой

**Мерная посуда** – меры для измерения объема жидкостей. Мерная посуда может быть изготовлена из стекла и химически устойчивого пластика. В зависимости от относительной погрешности, допускаемой при измерении объема, мерная посуда делится на две группы – для **приблизительного и точного измерения** объема. Мерная посуда в зависимости от точности делится на два класса:

Посуда

**1-ого класса (класс А)** – самая точная - допускаема погрешность **0,1 %**

**2-ого класса (класс В)** – допускаемая погрешность **0,2 %**

#### Посуда для **приблизительного измерения объема (не обязательно калибровать)**

1. К посуде для приблизительного измерения объема относятся **мерные цилиндры, стаканы и мензурки**.

Относительная погрешность при измерении объема такой посудой составляет **1 % и более**.



цилиндры

стакан

мензурка

#### Посуда для **точного измерения объема (калибруется)**

2. К посуде для точного измерения объемов относят мерные колбы, мерные пипетки и бюретки. Относительная ошибка при измерении объема составляет менее 1 %.

Перечисленные выше сосуды **калибруются на налив**. Термин «на налив» означает, что если наполнить мерный сосуд жидкостью точно до метки, **температура воды должна соответствовать температуре помещения** (отклонения температуры помещения и воды не должно быть больше 5 °С), тогда она будет соответствовать вместимости, обозначенной на колбе.



3. Пипетки представляют собой узкие длинные стеклянные трубки, оттянутые с одного конца, предназначены для точного измерения объемов растворов **на выливание (наслив)**. Различают:

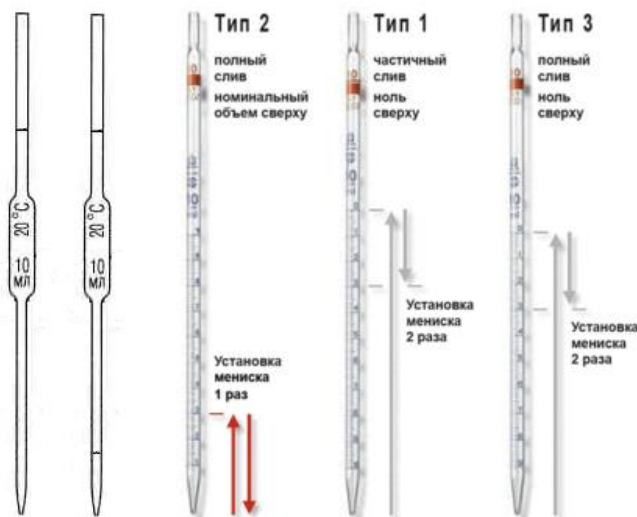
- **неградуированные (пипетки Мора, пипетки с одной отметкой, пипетки с расширением)** - жидкость в них набирают до кольцевой отметки и выливают до конца;

- **градуированные** на которых по всей длине есть деления; этими пипетками можно отмерять любой объем в пределах ее емкости, указанной на клейме.

Градуированные и неградуированные пипетки могут быть

- **с двумя кольцевыми метками** - жидкость в них набирают до верхней метки и выливают до нижней – это пипетки на частичный слив.

- **с одной кольцевой меткой** - жидкость в них набирают до кольцевой отметки и выливают до конца. На шкале таких пипеток указан только минимальный (или максимальный) объем, - это пипетки на полный слив, максимальный объем этими пипетками отбирают, выливая жидкость от верхнего деления до конца



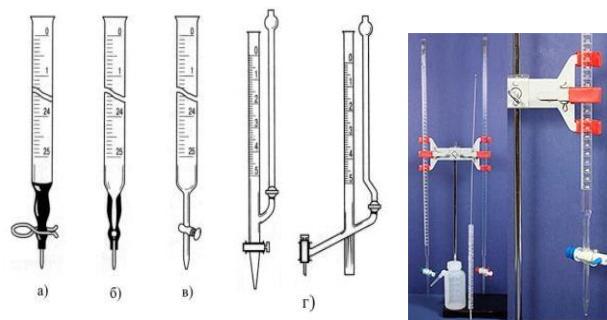
пипетки с одной отметкой

градуированные пипетки

4. **Бюретка** представляет собой длинную стеклянную трубку с делениями на внешней поверхности, предназначенные **на выливание (на слив)**.

Нулевое деление шкалы находится в верхней части бюретки.

Нижний конец бюретки оттянут и снабжен затвором, в качестве которого могут служить стеклянный кран, перехваченная металлическим зажимом резиновая трубка со стеклянным наконечником или стеклянный шарик, вставленный в резиновую трубку.



бюретки микробюретки

### Правила работы со стеклянной мерной посудой

**Содержащийся объём (на налив)** – объём жидкости, содержащийся в стеклянном сосуде.

**Доставленный объём (на слив)** - объём жидкости, слитой из пипетки или бюретки.

#### Время слива и время ожидания

Для мер объёма, используемых на слив жидкости, доставленный объём всегда меньше объёма содержащегося в сосуде, благодаря плёнке жидкости, оставленной на внутренних стенках сосуда. Доставленный объём в этом случае, зависит от времени слива жидкости, и доставляемый объём уменьшается с уменьшением **времени слива**. После слива жидкости также требуется подождать некоторое время для стекания жидкости с кончика пипетки, прислонённого к стеклянной поверхности, за счёт сил капиллярных сил – это время называется **временем ожидания**.

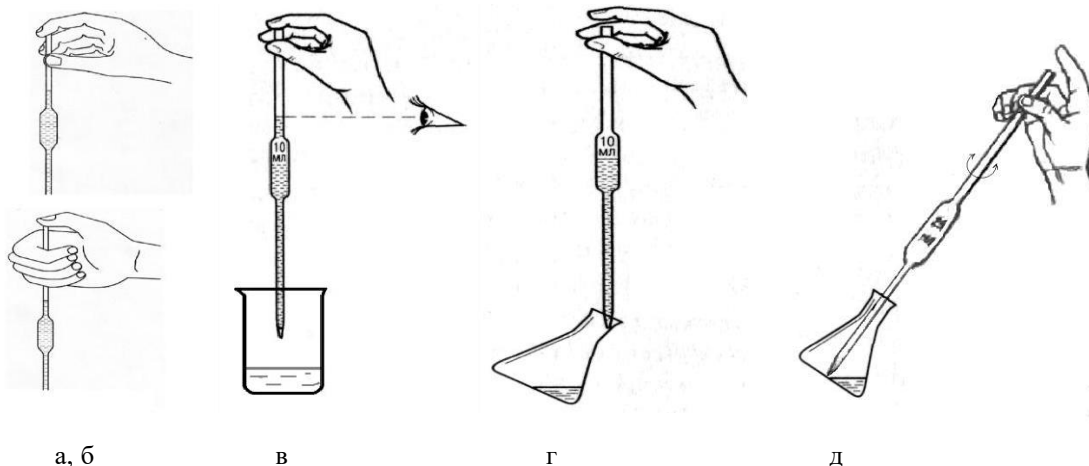
С учетом вышеизложенного, **время слива и время ожидания** должно соблюдаться.

#### Правила работы с пипетками

Для заполнения пипетки нижний конец ее опускают в жидкость, которую втягивают при помощи дозатора или груши. Когда уровень жидкости поднимается выше метки на 2 – 3 см, снимают дозатор или грушу, и быстро закрывают верхнее отверстие указательным пальцем (а). Пипетку следует держать строго вертикально, приподняв над раствором таким образом, чтобы метка находилась на уровне глаз (в). Жидкость необходимо выпускать по каплям, пока край мениска раствора не совпадет с меткой, нанесенной на пипетку (. 3).

После этого отверстие пипетки плотно закрывают пальцем и переносят ее в другой сосуд.

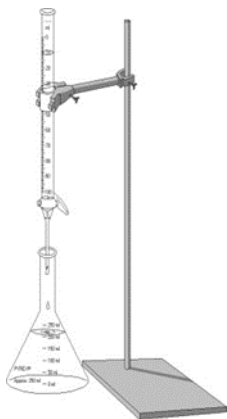
Чтобы вылить жидкость из пипетки, прикасаются ее нижним концом к внутренней поверхности колбы (г). Слегка приоткрывают указательный палец, удерживающий жидкость в пипетке, и ослабляют нажим пальца, давая жидкости медленно стечь в течение нескольких секунд (время слива). Ни в коем случае нельзя просто отнять палец от отверстия, так как при быстром вылинии жидкости значительная часть ее останется на стенках пипетки.



Приемы работы с пипеткой: правильное (а) и неправильное (б) положение пальцев при отборе объема; положение пипетки при установке мениска (в), сливании раствора (г), удалении последних капель раствора (д)

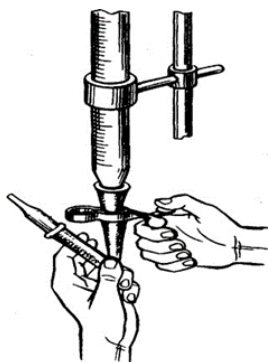
Выпустив жидкость из пипетки, ее остаток (для пипеток с одной меткой или на полный слив) удаляют прикосновением кончика пипетки к доньшку наклоненной колбы в течение нескольких секунд (времени ожидания), затем слегка поворачивают пипетку вокруг оси (д). После этого пипетку вынимают, не обращая внимания на жидкость, которая в ней осталась. Остаток жидкости из пипетки выдувать нельзя, так как этот объем не учитывается при градуировке мерной посуды.

### Правила работы с бюретками



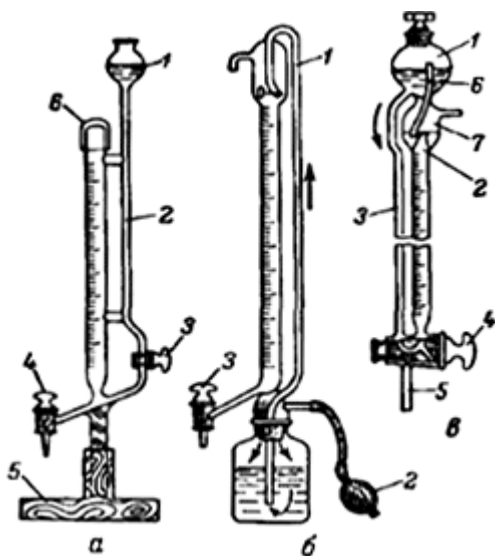
Подготовленную к работе бюретку закрепляют вертикально в штативе и заполняют жидкостью через воронку с коротким концом так, чтобы он не доходил до уровня нулевого деления.

Бюретка в штативе. Жидкость спускается не касаясь кончиком бюретки стеклянного сосуда.



Затем открывают зажим (кран), чтобы заполнить раствором часть бюретки до нижнего конца капилляра и удалить пузырьки воздуха. Если они останутся, объем жидкости, слитый с бюретки, будет определен неправильно. Для удаления пузырьков воздуха кончик бюретки поднимают под углом, слегка открывают зажим и выпускают жидкость до тех пор, пока весь воздух не будет удален.

Удаление воздуха из кончика бюретки



Микробюретки  
(а) - Банга; (б) - Пеллета; (в) - Гибшера

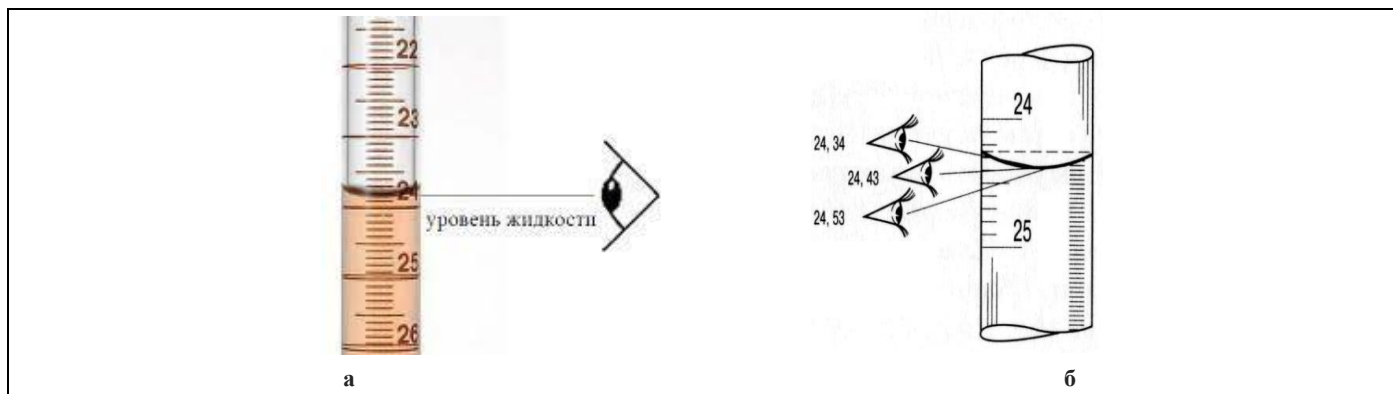
#### Микробюретки

Микробюретки отличаются от объемных бюреток небольшим объемом. Они имеют градуировку по 0,01 мл, что дает возможность делать отсчеты с точностью до 0,005 мл. Все конструкции микробюреток можно свести к трем типам, представленным на рисунке.

**Микробюретка Банга** (рис.3, а) - наиболее распространенный тип микробюреток. Ее закрепляют либо в лапке штатива, либо устанавливают на деревянном достаточно устойчивом основании 5. Бюретку заполняют раствором из резервуара 1 через трубку 2 и кран 3 при закрытом кране 4. Для защиты раствора от пыли и испарения верх бюретки закрывают небольшим стаканом 6.

**Микробюретку Пеллета** (б) с автоматической установкой нуля заполняют при помощи резиновой груши 2 при закрытом спускном кране 3. Излишек раствора отсифонируется обратно в склянку через боковую отводную трубку 1, верхний срез которой точно установлен на нулевой отметке.

**Микробюретка Гибшера** (в) заполняется при повороте трехходового крана 4, позволяющего раствору из сосуда 1 по боковой трубке 3 попасть в бюретку. Избыток раствора сливают через носик 5 при новом повороте крана 4. Нулевой уровень в бюретке устанавливается как только поверхность раствора коснется верхнего среза отростка 2. В этот момент прекращают с помощью крана 4 спуск раствора. Остаток его из головки 7 засасывается в сосуд 1 через трубку 6 при заполнении бюретки.



Правильный отсчёт по бюретке (а).

Ошибка в показаниях, возникающая при различном положении глаза наблюдателя (б).

Бюретку устанавливают на нуль только после того, как убедятся, что кончик бюретки заполнен раствором. Воронку, с помощью которой в бюретку наливают раствор, во время слива раствора, воронку вынимают и кладут на стол.

Капли, оставшиеся на воронке, могут менять объем жидкости в бюретке, увеличивая его, что может привести к неправильной записи объема, пошедшего на титрование и, следовательно, к неправильному результату измерений.

Перед каждым измерением нужно обязательно установить уровень жидкости в бюретке на нулевое деление шкалы.

Отсчет объема по бюретке проводят по нижнему краю мениска при этом глаза наблюдателя должны находиться на уровне мениска во избежание ошибки измерения. Различия в определении объемов при неправильном положении глаз показаны на рисунке б.

**Химическая посуда должна быть совершенно чистой - без выполнения этого условия пользоваться ей нельзя!!!**

**Мытьё химической посуды**

1. Если на стенках посуды имеется налет каких-либо солей или осадок, посуду очищают (предварительно смочив водой).
2. Затем посуду моют с жидкостью для мытья посуды ершиком или ветошью.  
При необходимости посуду моют хромпиком (смесь бихромата калия и концентрированной серной кислоты).
3. Хорошо вымытую в тёплой воде посуду 3-4 раза ополаскивают водой.

**Проверка на чистоту.**

**Стеклопосуда считается чистой, если на стенках ее не образуются отдельные капли или струйки, и вода оставляет равномерную тончайшую пленку.** Если посуда не удовлетворяет этим критериям, повторяют пункты 2, 3 до тех пор, пока посуда не будет чистой.

**5. Хорошо вымытую в теплой воде посуду обязательно 2-3 раза споласкивают дистиллированной водой для удаления солей, содержащихся в водопроводной воде.**

**6. Сушка спиртом стеклянных мер на налив.** Ополаскивают сосуд сначала чистым спиртом. В определенных случаях требуются специальные методы проверки посуды на чистоту, которые описаны в соответствующих методах испытаний.

**Стеклопосуду сушить в сушильном шкафу нельзя!!!**

**Она изменит объём и ей потребуется повторная калибровка, это связано с тем, что стекло при нагревании выше 40 °С деформируется (расширяется) и объём посуды увеличивается!**

Существует много рецептов этого распространённого лабораторного препарата.

**Состав 1:**

Дихромат калия — 60 г  
Концентрированная серная кислота — 80 мл  
Вода — 270 мл

**Состав 2:**

Дихромат калия — 15 г  
Концентрированная серная кислота — 500 мл

**Состав 3:**

Дихромат калия — 50 г  
Концентрированная серная кислота — 1 л

**Состав 4:**

Дихромат калия - 10 г  
Концентрированная серная кислота - 100 мл  
Вода - 10-20 мл (если при приготовлении хромпика было добавлено много воды, то из раствора выпадает оранжевый осадок, чтобы его растворить необходимо добавить дополнительное количество серной кислоты).  
Для приготовления хромовой смеси растворяют в тёплой воде дихромат калия, раствор охлаждают, и затем осторожно при перемешивании добавляют серную кислоту (добавлять кислоту в водный раствор дихромата, но не наоборот!). Смесь сильно нагревается, а раствор приобретает тёмно-коричневый цвет.

Лаборатория национальных эталонов	ЦСМ при МЭ КР	Издание	2
<b>P 7.4_Glassware</b>	<b>Информация для пользователей мерной посуды</b>	Дата введения	15.03.2021
		Страница	5 из 5

Стеклопосуду выдерживают в хромовой смеси несколько минут, при необходимости — пару дней, а затем тщательно промывают в проточной воде.

В результате протекающих реакций окисления органических веществ хромовый ангидрид восстанавливается до сульфата хрома(III), в результате чего использованная хромовая смесь постепенно изменяет цвет на зелёный. Меняет вязкость и цвет — раствор становится уже не пригоден к использованию.

#### Замечания по калибровке посуды

**Вся применяемая в лаборатории стеклянная мерная посуда должна быть откалибрована.**

Практика «откалибровать комплект мерной посуды» говорит о том, что этот комплект не используется, а используется посуда, для которой не установлен её фактический объём. На основании накопленного лабораторией объёма опыта, посуда 2 класса (класс В) изготовлена хуже, чем посуда 1 класса (класс А). В связи с чем, объём посуды даже новой посуды 2 класса очень часто превышает допускаемые погрешности.

Испытательная лаборатория может провести предварительную градуировку посуды, чтобы сдать на калибровку лучшие экземпляры посуды и отбраковать некачественную ещё до того как будет проведена её официальная калибровка.

**Нам часто задают вопрос, почему ранее поверенная мерная посуда при калибровке превышает допускаемую погрешность?**

Нужно понимать, что если, по незнанию, мерная посуда была просушена в сушильном шкафу — независимо от того была она ранее поверена или калибрована - её объём сильно увеличивается, после сушки, а тем более после частых сушек.

#### Пример представления результатов калибровки на стеклянную мерную посуду

Номиналдык көлөмү / Номинальный объём/ Nominal volume мл/ ml	100
Чыныгы көлөмү/ Фактический объём/ Actual volume, мл/ml	100,10
U Белгисиздик/неопределенность/uncertainty, мл/ml	0,10
Ондоо / Поправка / Correction, мл/ml	0,18
Жолберме/ Допуск/ Tolerance, мл/ml	0,2

Колба номинального объёма 100 мл, имеет фактический объём 100,10 мл с неопределённостью  $\pm 0,18$  мл. Допуск на колбу 100 мл 2 класса составляет  $\pm 0,2$  мл. Проверяем

соответствие погрешности колбы допускаемой погрешности:

Поправка мл  $\pm$  U неопределенность мл  $\leq$  Допуск

$(0,18 \text{ мл} \pm 0,10 \text{ мл} = 0,28 \text{ мл} > \pm 0,2 \text{ мл})$ , результатом измерений, видно, что объём колбы превышает допуск.