

Autorzy: Albin Czernichowski, Krzysztof Skudlarski
Korekta: Alicja Bakalarz

LABORATORIUM CHEMICZNE sprzęt, BHP, zasady obliczeń

PODSTAWOWY SPRZĘT

I. Sprzęt szklany

Większość prac wykonywanych w laboratoriach chemicznych przeprowadza się w naczyniach szklanych. Szkło jest odporne na działanie większości odczynników chemicznych, a jego przezroczystość ułatwia obserwacje przeprowadzanych reakcji. Szkło cienkościennie jest bardziej odporne na zmiany temperatury od grubościennego, dlatego nie wolno ogrzewać naczyń ze szkła grubościennego np. butelek. Nie wolno używać naczyń szklanych pękniętych, uszkodzonych lub z tzw. gwiazdkami (pęknięcia w kształcie gwiazdki).

Probówki. Stosuje się probówki różnej wielkości i kształtu. W czasie ogrzewania roztworu w probówce należy pamiętać, aby ciecz nie zajmowała więcej niż 1/3 całkowitej objętości probówki. Probówkę ujmuje się szczypcami i ostrożnie wprowadza do płomienia. Ogrzewa się górną warstwę cieczy. Wylot probówki powinien być tak skierowany, aby nagłe wyrzucenie roztworu nie wyrządziło szkody eksperymentującemu lub jego otoczeniu. Nie należy trzymać probówki z zawartością stale w płomieniu: delikatnym ruchem ręki należy ją przesuwać w płomieniu.

Zlewki. W laboratorium chemicznym używa się w zależności od potrzeb zlewki różnego kształtu i wielkości. Najczęściej zlewka posiada dziobek, który ułatwia przelewanie cieczy. Nie można podgrzewać zlewki na otwartym ogniu. W tym celu stosuje się np. płyty elektryczne.

Kolby. Kolby stożkowe używane są najczęściej w analizie miareczkowej, gdyż zmniejszony otwór utrudnia wyparowanie cieczy. Kolbki kuliste używane są najczęściej jako części aparatury, w której przeprowadza się złożone reakcje chemiczne. Kolbki ssawkowe wykonane są z grubego szkła. Mają z boku odprowadzenie w kształcie rurki, którą podłącza się do pompki wodnej. W otworze umocowuje się korek z lejkiem szklanym lub ceramicznym i sączkiem. Ten zestaw aparatury służy do szybkiego oddzielania roztworu od osadu.

Lejki. Służą do nalewania i przelewania cieczy oraz do sączenia. Nie należy wkładać lejka bezpośrednio do naczynia, do którego wlewa się ciecz. Umieszcza się w statywie w ten sposób, aby umożliwić ujście wypychanego przez ciecz powietrza. Lejki sitowe wykonane są z porcelany i mają dziurkowane dno, na które nakłada się bibułę filtracyjną. Duża powierzchnia dna znacznie przyspiesza sączenie.

Tryskawki. Najczęściej służą do spłukiwania i przemywania osadów. Są to zwykle butelki plastikowe, z których podczas ściśnięcia wytryskuje cienki strumień cieczy.

Kolby miarowe. Kolby takie mają kreskę na szyjce oraz wytrawioną na bocznej ścianie informację o pojemności. Służą do przygotowania roztworów o dokładnym stężeniu, tzn. takich, w których dokładnie odważona substancja została rozpuszczona w dokładnie odmierzonym objętości roztworu. Jeśli przygotowuje się roztwór substancji stałej, to po odważeniu wysypuje się ją przez lejek do wnętrza kolby a następnie opłukuje lejek i szyjkę kolbki. Wodę nalewa się ok. 10 mm poniżej kreski, a następnie po rozpuszczeniu się stałej

substancji dopełnia się (pipetą) do kreski. W przypadku cieczy bezbarwnych najniższy punkt dolnego menisku cieczy spotyka się z płaszczyzną wyznaczoną przez kreskę. W przypadku cieczy nieprzeźroczystych bierze się menisk górny. Oko obserwatora powinno znajdować się na tym samym poziomie co kreska kolby.

Biurety stosuje się do dokładnego dozowania roztworów. Biurety mają podziałkę zazwyczaj, co $0,1\text{ cm}^3$. Na dole zaopatrzone są w kurek szlifowany lub zamknięcie gumowe. Po wlaniu roztworu do biurety ustala się jego poziom na działce zero, a następnie po przekręceniu kurka ostrożnie wylewa się ciecz. Biurety umieszcza się pionowo, gdyż nawet lekkie odchylenie od pionu zmniejsza dokładność odczytu.

Pipety służą do jednorazowego dokładnego odmierzenia określonej objętości roztworu. Pipetę zanurza się w roztworze a następnie przez drugi koniec wciąga się za pomocą specjalnej pompki roztwór powyżej kreski miarowej. Następnie zamyka się koniec wilgotnym palcem wskazującym i przenosi się nad naczynie pomocnicze. Nadmiar cieczy wypuszcza się zwalniając ostrożnie palec. Następnie przenosi się pipetę nad właściwe naczynie i wypuszcza się całą objętość uważając by nie dotknąć roztworu w naczyniu końcem pipetki. Obecnie stosowane pompki pipetowe umożliwiają przeniesienie i dozowanie roztworu bez konieczności usuwania pipety z pompki.

Cylindry miarowe. W celu odmierzenia większych ilości roztworu stosuje się cylindry. Są to naczynia szklane w kształcie pionowych rur z rozszerzoną podstawą. Na ściankach cylindrów umieszczona jest skala. W celu zwiększenia dokładności stosuje się cylindry różnej wielkości dostosowane do dozowania różnych ilości cieczy.

Opakowania szklane. Substancje stałe i ciekłe przechowuje się w laboratorium chemicznym w słoikach i butelkach opatrzonych nalepkami ze wzorem substancji, stężeniem. Butelki i słoiki zamknięte są dobrze dopasowanymi korkami. Korka po wyjęciu z butelki nie należy w zasadzie odkładać. Należy unikać otwierania kilku butelek jednocześnie, gdyż prowadzi to często do pomieszania korków a tym samym do zanieczyszczenia roztworów.

2. Inny sprzęt

Palniki. Najczęściej stosuje się w laboratoriach palniki typu Bunsena i Mekera. W palnikach gaz doprowadzony jest przez wąską dyszę a powietrze przez okrągłe dziurki w ruchomym pierścieniu. Przez obrót pierścienia zmniejsza się lub zwiększa dopływ powietrza a tym samym temperaturę płomienia. Palnik Mekera ma u wylotu siatkę metalową. Siatka ta powoduje równomierne palenie się gazu i płomień znajduje się na większej powierzchni. W przypadku, gdy ilość powietrza jest za duża, płomień może przeskoczyć do wnętrza palnika. Zauważa się to po buczeniu palnika oraz zmianie barwy płomienia na zieloną. Należy wtedy palnik zgasić i ostudzić.

3. Odczynniki chemiczne

Ze względu na bezpieczeństwo, z odczynnikiem chemicznymi należy obchodzić się bardzo ostrożnie. Najbardziej powszechnymi odczynnikiem wymagającymi ostrożnego obchodzenia się są kwasy i zasady. Rozcieńczając kwas należy pamiętać, że wlewamy zawsze kwas do wody a nie odwrotnie. Należy unikać stosowania obok siebie kwasu i zasady, a w szczególności kwasu solnego i amoniaku. Niedopuszczalne jest mieszanie stężonego kwasu ze stężoną zasadą. Stężony kwas solny i amoniak wydzielają gazy, dlatego nie należy się nad nimi nachylać lub wdychać opary.

ELEMENTARNE CZYNNOSCI

1. *Mycie szkła laboratoryjnego.* Mycie szkła laboratoryjnego jest podstawową czynnością wykonywaną w laboratorium chemicznym i ma duże znaczenie. Używanie naczyń niewymytych, nawet z drobną ilością zanieczyszczeń na ściankach, może doprowadzić do całkowitej zmiany obrazu przeprowadzonego doświadczenia. Szkła laboratoryjnego nie można myć piaskiem lub ostrymi narzędziami. Może to doprowadzić do zarysowania ścianek a następnie pęknięcia naczynia w czasie pracy. Najczęściej do wymycia osadu używa się specjalnych szczotek. Następnie szkło myje się dużą ilością wody wodociągowej i spłukuje wodą destylowaną. Naczynie jest dobrze umyte gdy woda spływa po ściankach równomiernie. W przypadku silnie zabrudzonych naczyń należy użyć odpowiednich środków do mycia a następnie bardzo dokładnie przepłukać naczynie wodą destylowaną.

2. *Sączenie.* W pracy laboratoryjnej uzyskany osad często należy oddzielić od roztworu. W laboratorium chemicznym używa się specjalnych sączków o różnym stopniu przepuszczania roztworu, które stosuje się w zależności od wielkości uzyskanych kryształów osadu. W analizie ilościowej używa się sączków, które po spaleniu mają mniej niż 0,0001 g popiołu. Jeżeli bibuła jest w arkuszach, sączek przygotowuje się w następujący sposób: kawałek bibuły składa się na czworo a następnie nożyczkami obcina się rogi tak, aby po rozłożeniu uzyskać koło. Sączek składamy na czworo i wkładamy do lejka. Następnie sączek przemywamy wodą destylowaną. Roztwór z osadem wlewamy powoli po bagietce szklanej. Najpierw zlewamy sam roztwór, a następnie osad. Osad pozostawiony w zlewce wmywamy wodą z tryskawki. Należy uważać aby wysokość roztworu na sączku nie była większa od wysokości sączka. W przypadku sączenia przy zmniejszonym ciśnieniu lejek umieszczamy szczelnie w korku gumowym a ten z kolei w kolbie ssawkowej. Następnie włączamy pompkę wodną. Używając lejków z dziurkowanym dnem należy pamiętać aby wielkość sączka dokładnie odpowiadała wielkości dna i aby sączek nie odstawał w żadnym miejscu.

3. *Odparowywanie.* Często w pracy laboratoryjnej konieczne jest zagęszczenie roztworu lub całkowite jego odparowanie. Odparowywanie przeprowadza się w porcelanowych parowniczkach o odpowiednim kształcie. Roztwór odparowywany nie powinien wrzeć, gdyż istnieje możliwość nagłego wyrzucenia cieczy z parowniczką. Odparowywanie przeprowadza się w łaźni wodnej, piaskowej lub na siatkach metalowych ogrzewanych małym płomieniem palnika gazowego.

BEZPIECZEŃSTWO I HIGIENA PRACY W LABORATORIUM CHEMICZNYM

Praca w laboratorium chemicznym, wykonywana z zachowaniem wszelkich zasad ostrożności, jest całkowicie bezpieczna. Konieczne jest zapoznanie ćwiczących studentów z elementarnymi zasadami zachowania się w laboratorium chemicznym. Niebezpieczeństwa zagrażające zdrowiu lub życiu mogą mieć następujące źródła: zatrucia lub poparzenia substancjami chemicznymi, pożar w laboratorium, porażenie prądem elektrycznym oraz zranienie będące powodem nieostrożnego obchodzenia się z aparaturą szklaną. Nakłada to obowiązek ścisłego przestrzegania przepisów bezpieczeństwa.

Zranienia szkłem. Spowodowane jest najczęściej przez nieostrożne i nieumiejętne wkładanie rur szklanych w otwory korków lub węże kauczukowe – zranienia unika się stosując następujące zasady: rurkę obtopioną na końcu należy przy wkładaniu w otwór trzymać w odległości nie większej niż 2 cm od wkładanego końca a wylot rurki należy zwilżyć wodą lub gliceryną.

Doświadczenia z palnymi gazami jak np. wodór, prowadzone w aparaturze szklanej muszą być wykonywane pod wyciągiem albo za specjalną szybą ochronną. Student bezpośrednio zajęty tym doświadczeniem powinien pracować w okularach ochronnych. Rozpoczęcie doświadczenia następuje po sprawdzeniu aparatury przez prowadzącego zajęcia i jedynie za jego zgodą.

Ogrzewanie, względnie destylację stężonych kwasów, substancji żrących lub silnie dymiących dokonuje się tylko pod zamkniętym i pracującym wyciągiem. Manipulacje stężonymi gorącymi kwasami wymagają nałożenia gumowych rękawiczek oraz okularów ochronnych.

Rozcieńczenia stężonych kwasów należy zawsze dokonywać pod wyciągiem przez powolne wlewanie stężonego kwasu do wody, przy równoczesnym mieszaniu. Nigdy odwrotnie.

Ogrzewając roztwór w probówce należy jej wylot skierować od siebie tak, aby ewentualnie wyrzucona ciecz nie oblała eksperymentującego, względnie sąsiadów. Badając zapach substancji w ogrzewanych probówkach należy zwrócić szczególnie uwagę na możliwość wyrzucenia cieczy z naczynia i oparzenia twarzy a zwłaszcza oczu. W wypadku oparzenia kwasem lub ługami należy natychmiast splukać miejsce oparzone silnym strumieniem wody wodociągowej. Tak samo należy postępować przy poparzeniu oczu.

Pożar. W przypadku pożaru należy równocześnie udzielić pomocy poszkodowanej osobie i usunąć źródło pożaru. Stłumienie palącej się odzieży następuje za pomocą koca lub natrysku. Lokalizowanie pożaru dokonuje się piaskiem lub gaśnicami.

Wszelkie czynności, podczas których wydzielają się szkodliwe pary lub gazy (HCl, NO₂, H₂S, HCN, HF, NH₃, itp.) muszą być wykonywane pod zamkniętym i działającym wyciągiem.

Ogrzewanie i odparowywanie cieczy może być wykonane na stołach laboratoryjnych jedynie w takim przypadku, kiedy ulatnia się czysta para wodna, wolna od lotnych kwasów, zasad lub przykrych zapachów.

Przy badaniu zapachu nieznanymi próbek należy wykonać tę czynność ostrożnie np. przez wachanie korka lub skierowanie powietrza z naczynia z próbką ku nosowi przez wachlowanie dłonią, nigdy zaś przez bezpośrednie wdychanie.

Kategorycznie zabrania się badania smaku wszelkich substancji chemicznych.

O wszelkich zranieniach, oparzeniach, zatruciach czy innych przypadkach należy bezzwłocznie powiadomić najbliższą osobę spośród personelu.

Substancje szkodliwe. Pod względem szkodliwego działania na organizm ludzki substancje możemy podzielić na trujące, np. cyjanek, arsenik i żrąco parzące jak np. stężone kwasy lub zasady. Substancją trującą może być zasadniczo każdy związek chemiczny. Zależy to od dawki i częstości wprowadzania do organizmu oraz drogi jaką substancja chemiczna dostała się do organizmu. Do pewnych substancji chemicznych można się częściowo przyzwyczaić (np. arsenik) inne natomiast gromadzą się systematycznie w organizmie i są potem przyczyną poważnych i długotrwałych schorzeń (np. ołów). Niektóre osoby mogą być uczulone na dany związek chemiczny. Osoby te w zetknięciu z małą ilością substancji ulegają znacznemu zatruciu. Trucizny dostają się do organizmu przez drogi oddechowe (pary i pyły), przez skórę (brom, fenol, fosfor), przez przewód pokarmowy lub do krwioobiegu w przypadku zranienia.

PIERWSZA POMOC

W przypadku zatrucia należy chorego wynieść na świeże powietrze, udzielić pierwszej pomocy i wezwać lekarza. Podaje się sposoby postępowania w poszczególnych przypadkach.

1. Zatrucie arsenikiem. Należy spowodować wymioty roztworem mydła podać roztwór tiosiarczanu ($4 \text{ g Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ w 450 ml wody) a następnie mleko i środki pobudzające.
2. Zatrucie bromem w roztworze. Należy spowodować wymioty, podać 5-procentowy roztwór NaHCO_3 , mleko i środki pobudzające.
3. Zatrucie chlorem w roztworach. Należy podać 2 ml amoniaku w 100 ml wody, spowodować wymioty.
4. Zatrucie cyjankami. Należy usunąć chorego z pomieszczenia, spowodować wymioty, podać 3-procentowy roztwór H_2O_2 .
5. Zatrucie gazami trującymi (CO , H_2S , gaz, tlenki azotu). Należy przenieść chorego na świeże powietrze, zastosować sztuczne oddychanie, podać tlen, chorego trzymać w ciepłe, zapewnić odpoczynek i unikanie wysiłku.
6. Zatrucie gazami żrącymi (NH_3 , Cl_2 , Br_2 , SO_2). Należy przenieść chorego na świeże powietrze. W przypadku zatrucia amoniakiem należy dawać do wdychania kwas octowy rozcieńczony, przy zatruciu Br_2 , Cl_2 , HCl – rozcieńczony amoniak.
7. Zatrucie kwasami mineralnymi. Nie wolno stosować środków wymiotnych, gdyż spowodowałyby oparzenie dróg pokarmowych. Podać tlenek magnezowy lub wodę wapienną ponawiając dawki w krótkich odstępach. Nie podawać węglanów. Stosować środki pobudzające.
8. Zatrucie zasadami żrącymi. Nie wolno stosować środków wymiotnych, podać mleko i 5-procentowy roztwór kwasu octowego.
9. Porażenie prądem elektrycznym. Należy porażonego odizolować od prądu, zastosować sztuczne oddychanie i podać środki pobudzające.