**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Мерная посуда**  |  | **ОФС.1.1.0022** |
| **[** |  | **Взамен ОФС.1.1.0022.18** |

|  |
| --- |
|  |

Требования настоящей общей фармакопейной статьи распространяются на мерную лабораторную посуду, используемую в фармакопейном анализе для измерения объёма жидкостей и растворов. К мерной лабораторной посуде относятся мерные колбы, пикнометры, пипетки, бюретки, а также мерные цилиндры, мерные стаканы, мензурки, пробирки с делениями. В отличие от лабораторной посуды общего назначения мерная лабораторная посуда имеет точную градуировку.

**Виды мерной лабораторной посуды**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
| а | б | в |

Рисунок 1 – Мерная лабораторная посуда для приблизительных измерений

а – цилиндры, б – стакан, в – мензурка.

*Мерные цилиндры*(рис. 1а) – стеклянные (могут быть пластиковые) толстостенные сосуды с нанесёнными на внешней стенке делениями, указывающими объём в см3 (мл)(5–2000 см3 (мл)). Цилиндрыприменяют в тех случаях, когда измерение объёма жидкости не требует большой точности. Существуют цилиндры, снабжённые притёртыми пробками.

*Градуированные мерные стаканы*(рис. 1б) дают самую большую ошибку в измерении объёма из-за редких делений, указывающих объём.

*Мензурки*(рис. 1в) – сосуды конической формы, на стенке которых нанесена шкала. Мензуркиприменяют в тех случаях, когда измерение объёма жидкости не требует большой точности. Вместимость
мензурок 50–1000 см3(мл).

*Пробирки с делениями* – сосуды цилиндрической формы, имеющие полукруглое, коническое или плоское дно, объёмом от 5 до 25 см3 (мл)предназначены для химических реакций, проводимых в малых объёмах, биологических, микробиологических процедур, для отбора проб, отмеривания определённого объёма наливаемой или выливаемой жидкости, или определения объёма осадка (центрифужные пробирки). Шкала, соответствующая вместимости пробирки, нанесена на всей боковой поверхности. Пробирки могут быть со шлифом, без шлифа, соответственно с пробками и без пробок.

К посуде для точногоизмерения объёмов относят мерные колбы, мерные пипетки и бюретки.

*Мерные колбы* (рис. 2а) представляют собой стеклянные (могут быть пластиковые) круглые плоскодонные сосуды, предназначенные для точного измерения объёма (на «вливание») при приготовлении растворов известной концентрации. Различают узкогорлые и широкогорлые мерные колбы*.* Диаметр горла (шейки) последних приблизительно в полтора раза больше по сравнению с узкогорлыми. В большинстве случаев мерные колбы имеют пришлифованную стеклянную пробку и пришлифованный (притёртый) верх колбы (горло колбы). Часто для закрывания мерных колб используют пробки из полиэтилена или из полипропилена.

На шейке есть кольцевая метка, до которой следует наполнять колбу.

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| а | б |

Рисунок 2 – Мерная колба (а), пикнометры (б)

Мерные колбы имеют вместимость 1, 2, 5, 10, 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000, 2000 см3 (мл) (номинальная вместимость на колбах указана в мл) и служат для *приготовления растворов с точной концентрацией*.

*Пикнометры* – мерные колбы с очень узким горлом вместимостью
от 2 до 50 см3 (мл) (рис. 2б). Пикнометр обязательно имеет пришлифованную пробку. Его используют для *определения плотности жидкости*.

*Пипетки*(рис. 3) представляют собой стеклянные (могут быть пластиковые) узкие длинные трубки, оттянутые с одного конца, предназначены для точного измерения объёмов растворов (на «выливание»).

Различают следующие типы пипеток:

- неградуированные с одной кольцевой меткой – пипетки Мора(рис. 3а) – откалиброванные на полный слив. Жидкость в них *набирают до кольцевой отметки* и *выливают до конца*;

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |   |
| а | б | в | г  | д |

Рисунок 3 – Мерные пипетки

неградуированные (а, б);

градуированные (в); пипетки – дозаторы (г, д).

- неградуированные с *двумя кольцевыми метками –* *пипетки Мора* (рис. 3б) – жидкость в них *набирают до верхней метки* и *выливают до нижней*;

- *градуированные* (рис. 3в), на которых по всей длине есть деления; этими пипетками можно отмерять любой объём в пределах её ёмкости, указанной на клейме.

Вместимость пипетки – обычно от 1 до 100 см3 (мл)– указывается производителем в верхней или средней их части.

Пипетки вместимостью менее 1 см3 (мл)называются *микропипетками*; с их помощью можно отбирать объёмы, измеряемые десятыми и сотыми долями мл. Градуированные пипетки, у которых на шкале указан только минимальный (или максимальный) объём, называют пипетками на полный слив, максимальный объём этими пипетками отбирают, выливая жидкость от верхнего деления до конца. Большое распространение получили более удобные и безопасные в обращении пипетки-дозаторы, гарантирующие высокую точность и повторяемость объёма измеряемых жидкостей в пределах от 0,002 до 10 см3 (мл).

*Унипипетки* предназначены для измерения доз постоянного (фиксированного) объёма (рис. 3г).

*Варипипетки**–* это пипетки регулируемой ёмкости для измерения доз любого объёма в указанных пределах (рис. 3д). Дозаторы в этих пипетках могут быть механическими и электронными.

*Бюретки* – цилиндрическая стеклянная трубка с делениями, краном или зажимом, проградуированная в миллилитрах. Бюретки применяют для точного измерения небольших объёмов (на «выливание») и титрования при определении количественного содержания вещества.

Бюретки бывают двух типов:

- тип I – без установленного времени ожидания 1-го и 2-го классов;

- тип II – с установленным временем ожидания только 1-го класса.

*Объёмные бюретки* (рис. 4а–4г) с ценой деления в 0,1 см3 (мл) позволяют вести отсчёт с точностью до 0,02 см3 (мл). Бескрановые бюретки Мора (рис. 4б) имеют в нижней части резиновую трубку с капилляром. Резиновая трубка пережимается либо зажимом Мора (рис. 4б), либо внутрь её закладывают стеклянный шарик или палочку с шарообразным утолщением. Жидкость из такой бюретки вытекает при нажатии пальцами на верхнюю часть шарика.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
| а | б | в | г |

Рисунок 4 – Бюретки

а – с одноходовым краном; б – резиновой трубкой; в – двухходовым краном;
г – автоматическим нулём.

У *бюретки с автоматическим нулём* (рис. 4г) нулевой отметкой является верхний срез отростка.

*Микробюретки* отличаются от объёмных бюреток небольшим объёмом (2 см3 (мл), 5 см3 (мл)). Они имеют градуировку по 0,01 см3 (мл), что даёт возможность делать отсчёты с точностью до 0,005 см3 (мл).

**Материал**

Стеклянная мерная лабораторная посуда должна изготовляться из стекла, обладающего необходимыми химическими и термическими свойствами, обеспечивающими устойчивость к воздействию агрессивных сред, света и т.д.

Для производства стеклянной посуды используется боросиликатное стекло, в состав которого входят оксиды щелочных и щёлочноземельных металлов (кальция, натрия или калия), добавляемые к кремнезему в основе обычного (силикатного) стекла. При их замене на оксид бора стекло приобретает особые свойства *–* низкий коэффициент линейного теплового расширения, повышенную химическую и механическую устойчивость.

Стекло, из которого сделана посуда, должно быть без видимых дефектов, а внутреннее напряжение должно быть снято до необходимых пределов.

Пластиковая мерная лабораторная посуда, изготовленная, как правило, из полипропилена или полиэтилена высокой плотности, обладает отличной химической стойкостью к сильным окислителям, щелочам, углеводородам, кетонам и низкой адгезией.

**Мытьё мерной лабораторной посуды**

Мытьё (очистка) мерной лабораторной посуды проводят аналогично обычной лабораторной посуды, используемые средства не должны изменять состояние посуды. При очистке мерной лабораторной посуды последовательно выполняют следующие процедуры:

- *предварительные работы:* перед замачиванием салфеткой/ фильтровальной бумагой удаляют смазку с кранов бюреток и соединений (если имеются), другие жировые пятна и надписи, сделанные во время работы;

- з*амачивание и мытьё* в моющем растворе; срок годности раствора для замачивания посуды – 24 ч, повторное использование этого раствора не допускается;

- *ополаскивание* – проводят проточной водопроводной водой, а затем три раза водой очищенной;

- *сушка,* не рекомендуется нагревать посуду выше 180 °С;

- *контроль чистоты посуды* проводят визуально; посуда считается чистой, если вода не оставляет капель на внутренних стенках.

Валидацию мытья (очистки) посуды проводят путём периодического определения соответствующих моющих средств в промывных водах. Валидация процесса очистки может включать как качественную, так и количественную оценку эффективности очистки посуды. Качественная оценка процесса мытья (очистки) мерной лабораторной посуды предусматривает нанесение на наиболее загрязнённую посуду растворов флуоресцирующих веществ (индикаторов) (например, натрия флуоресцеината раствор 0,02 %), осмотр посуды с использованием
УФ-лампы для проверки наличия покрытия флуоресцирующего индикатора и мытьё (очистку) посуды. Посуду снова осматривают с использованием
УФ-лампы для качественной оценки чистоты. Количественная оценка процесса мытья (очистки) мерной лабораторной посуды сводится к сбору промывочной воды и определению в ней загрязняющих веществ. Состав промывочной воды не должен существенно изменяться после ополаскивания посуды или не должен снижать требования к уровню чистоты посуды.

Для мытья (очистки) мерной лабораторной посуды в зависимости от характера загрязнений используют:

- *ультразвуковые бани;*

- *посудомоечные машины;*

- *органические растворители (полярные и неполярные),* для мытья используют растворители категории чда, а для ополаскивания – растворители категории хч; при этом должны соблюдаться строгие меры безопасности (работа в вытяжном шкафу и др.), так как большинство органических растворителей токсичны и легко воспламеняемы;

- *кислоты и окислители (*концентрированные хлористоводородная, серная, азотная или их растворы, хромовая смесь – 1 часть калия дихромата; 1–2 части воды; 8–10 частей серной кислоты концентрированной).

Примечание – Работу с кислотами проводят в вытяжном шкафу. Раствором аммиака нельзя ополаскивать посуду, в которой проводятся работы с органическими растворителями. Хромовая смесь очень агрессивна, в связи с чем, требуется проведение особого комплекса мероприятий по уничтожению отходов.

*Сушка посуды*

После ополаскивания вымытую посуду переворачивают вверх дном, для чего используют устройство для сушки посуды, и оставляют при комнатной температуре до тех пор, пока она не высохнет. Чистые пипетки после мытья и сушки помещают в специальные подставки (штативы).

При указании производителя допускается сушить мерную лабораторную посуду в сухожаровом шкафу при температуре, рекомендованной производителем.

В случае крайней необходимости посуду высушивают с помощью ополаскивания ацетоном или этанолом категории хч. Остатки растворителей собирают и сдают в соответствии с правилами, принятыми в лаборатории.

**Классы точности мерной лабораторной посуды**

В лабораторных испытаниях используется отечественная мерная лабораторная посуда 1-го или 2-го класса точности или зарубежная мерная лабораторная посуда А/AS или В класса точности. 1-й класс или класс А/AS предназначен для измерений с более высокой степенью точности, используемых, например, при количественном определении; 2-й класс или класс В – для измерений с более низкой степенью точности.

**Пределы погрешности измерения**

Пределы погрешности по объёму устанавливаются для каждого вида мерной лабораторной посуды в зависимости метода применения (на «выливание» или на «вливание») и класса точности.

Допустимые погрешности от номинальной вместимости мерной лабораторной посуды при температуре 20 °С не должны превышать указанных в табл. 1 и 2.

Таблица 1 – Пределы допустимой погрешности объёма колб, цилиндров и мензурок, см3 (мл)

|  |  |
| --- | --- |
| **Номинальная вместимость** | **Пределы допустимой погрешности объёма (±)** |
| **Колбы** | **Цилиндры** | **Мензурки** |
| 1-й класс | А класс | 2-й класс | 1-й класс | 2-й класс |
| 5 | 0,025 | - | 0,05 | 0,10 | 0,10 | - |
| 10 | 0,025 | 0,02 | 0,05 | 0,10 | 0,20 | - |
| 25 | 0,04 | 0,03 | 0,08 | 0,25 | 0,50 | - |
| 50 | 0,06 | 0,05 | 0,12 | 0,25 | 1,00 | 2,50 |
| 100 | 0,10 | 0,08 | 0,20 | 0,50 | 1,00 | 5,00 |
| 200 | 0,15 | - | 0,30 | - | - | - |
| 250 | 0,15 | 0,12 | 0,30 | 1,25 | 2,00 | 5,00 |
| 300 | 0,20 | - | 0,40 | - | - | - |
| 500 | 0,25 | 0,20 | 0,50 | 2,50 | 5,00 | 12,50 |
| 1000 | 0,40 | 0,03 | 0,80 | 5,00 | 10,00 | 25,00 |
| 2000 | 0,60 | - | 1,20 | 10,00 | 20,00 | - |

Таблица 2 – Пределы допустимой погрешности объёма пипеток, см3 (мл)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Номинальнаявместимость** | **Цена наименьшего деления шкалы** | **Пределы допустимой погрешности объёма (±)** |
| **1-й класс** | **А/AS класс** | **2-й класс** |
| 0,5 | 0,01 | 0,005 | - | - |
| 1 | 0,01 | 0,006 | 0,006 | 0,01 |
| 2 | 0,02 | 0,01 | 0,006 | 0,02 |
| 5 | 0,05 | 0,03 | 0,01 | 0,05 |
| 10 | 0,1 | 0,05 | 0,02 | 0,1 |
| 25 | 0,1 | 0,1 | 0,03 | - |
| 0,2 | 0,01 | 0,2 |
| 50 | - | - | 0,05 | - |
| 100 | - | - | 0,08 | - |

Допустимые погрешности от номинальной вместимости мерной лабораторной посуды на «выливания» жидкости не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3 – Пределы допустимой погрешности объёма бюреток, см3 (мл)

| **Номинальнаявместимость** | **Цена наименьшего деления шкалы** | **Пределы допустимой погрешности объёма (±)** |
| --- | --- | --- |
| **1-й класс** | **А/AS класс** | **2-й класс** |
| 1 | 0,01 | 0,01 | - | 0,02 |
| 2 | 0,01 | 0,01 | - | 0,02 |
| 5 | 0,02 | 0,01 | - | 0,02 |
| 10 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,05 |
| 0,05 | 0,02 | - | 0,05 |
| 25 | 0,05 | 0,03 | - | 0,05 |
| 0,1 | 0,05 | 0,03 | 0,1 |
| 50 | 0,1 | 0,05 | 0,05 | 0,1 |
| 100 | 0,2 | 0,1 | - | 0,2 |

Для всей мерной лабораторной посуды со шкалой максимально допустимая погрешность для обоих классов точности не должна превышать объёма наименьшего деления шкалы. Для посуды 2 класса допустимые пределы погрешностей увеличены вдвое.

**Калибровка мерной лабораторной посуды**

Мерные колбы, пикнометры, пипетки и бюретки перед работой и ежегодно необходимо проверять на признаки износа или повреждения (царапины, замутнения, трещины или сколы, стирание калибровочных отметок). Не допускается использование повреждённой посуды. Перед калибровкой мерную посуду тщательно моют и высушивают.

Калибровка мерной лабораторной посуды может осуществляться 2 способами.

1. Внешняя калибровка, когда посуда имеет сертификаты калибровки серий или индивидуальные сертификаты калибровки, предоставленные производителем или поставщиком.

2. Внутренняя калибровка, проводимая в лаборатории по приведённой ниже процедуре.

Проверка мерной лабораторной посуды заключается в определении массы воды, не содержащей примесей и растворённого воздуха, налитой в посуду до метки (мерные колбы и пикнометры) или вылитой из неё (пипетки и бюретки) при данной температуре и атмосферном давлении.

При проверке пипеток воду из них спускают в бюкс с крышкой и взвешивают. Не выливая воду из бюкса, спускают в него снова полную пипетку и взвешивают. Так поступают и в третий раз. Из трёх значений массы воды берут среднее. При проверке бюреток измеряют массу всего её объёма, а затем – массу воды через каждые 10 см3 (мл). Для точной калибровки проверяют массу каждого миллилитра. Температура, при которой калибруется мерная лабораторная посуда стеклянная, должна быть равна 20 °С. На практике при калибровании и проверке мерной лабораторной посуды пользуются таблицами, показывающими, сколько воды определённой температуры надо отвесить в воздухе той же температуры, чтобы объём её соответствовал 1000 см3 (мл) при 20 °С. Данные таблицы рассчитаны на нормальное барометрическое давление (760 мм. рт. ст.) и на одну и ту же температуру воды и окружающего воздуха. Если барометрическое давление ниже нормального, на каждый миллиметр разницы прибавляют поправку, указанную в последнем столбце табл. 4. Если барометрическое давление выше нормального, поправку вычитают.

Таблица 4 – Таблица массы 1000 мл воды, взвешенной в воздухе при помощи латунных гирь при разных температурах

| **Температура воды и воздуха, °С** | **Масса 1000 мл воды, г**  | **Поправка на барометрическое давление** |
| --- | --- | --- |
| 10 | 998,386 | 0,00144 |
| 11 | 998,315 | 0,00144 |
| 12 | 998,234 | 0,00143 |
| 13 | 998,143 | 0,00143 |
| 14 | 998,042 | 0,00142 |
| 15 | 997,925 | 0,00142 |
| 16 | 997,798 | 0,00141 |
| 17 | 997,659 | 0,00141 |
| 18 | 997,510 | 0,00140 |
| 19 | 997,349 | 0,00140 |
| 20 | 997,177 | 0,00140 |
| 21 | 996,995 | 0,00139 |
| 22 | 996,802 | 0,00139 |
| 23 | 996,599 | 0,00138 |
| 24 | 996,386 | 0,00138 |
| 25 | 996,164 | 0,00137 |
| 26 | 995,930 | 0,00137 |
| 27 | 995,689 | 0,00136 |
| 28 | 995,438 | 0,00136 |
| 29 | 995,177 | 0,00136 |
| 30 | 994,908 | 0,00135 |
| 31 | 994,630 | 0,00135 |
| 32 | 994,343 | 0,00134 |
| 33 | 994,048 | 0,00134 |
| 34 | 993,744 | 0,00133 |
| 35 | 993,433 | 0,00133 |

Частота калибровки мерной лабораторной посуды зависит от её характеристик, вида и частоты использования, а также предыдущих калибровок.

**Работа с мерной лабораторной посудой**

Объём жидкости можно измерить с различной степенью точности, которая определяется задачей анализа. В зависимости от относительной погрешности, допускаемой при измерении объёма, мерная лабораторная посуда делится на две группы – для приблизительного (класс 2 или В) и точного (класс 1 или A/AS) измерения объёма. К посуде для приблизительногоизмерения объёма относятся мерные цилиндры, градуированные лабораторные стаканы, мензурки, пробирки с делениями. Относительная погрешность при измерении объёма с помощью такой посуды составляет 1 % и более. Данная посуда предназначена в основном на «выливание». Термин на «выливание» означает, что если перелить содержимое заполненного мерного сосуда в другой сосуд, то объём вылитой жидкости при температуре 20 °С будет соответствовать вместимости, обозначенной на сосуде.

*Мерные цилиндры, градуированные мерные стаканы, мензурки, пробирки с делениями.* Чтобы отмерить нужный объём жидкости, её наливают в мерный сосуд до тех пор, пока нижний край мениска не достигнет уровня нужного деления.

*Мерные колбы.* На каждой мерной колбе указана та температура, при которой она имеет точно обозначенный на ней объём (как правило 20 °С). Термин на «вливание» означает, что если наполнить мерную колбу жидкостью точно до метки, то объём жидкости при температуре 20 °С будет соответствовать вместимости, обозначенной на колбе.

Объём вылитой из колбы жидкости будет несколько меньше помеченного, так как часть её останется на стенках. Поэтому обычные мерные колбы не пригодны для отмеривания точного объема жидкости с последующим выливанием её. Мерные колбы, предназначенные для выливания, имеют две метки. Верхняя метка предназначена для «выливания», т.е. если наполнить колбу до этой метки и вылить содержимое, вылитая жидкость будет иметь объём, указанный на колбе. Раствор, находящийся в колбе, доводят до метки в несколько приёмов. Сначала наливают воды на 0,5–1 см ниже метки, затем, при помощи пипетки жидкость приливают по каплям до тех пор, пока край мениска раствора не коснется метки.

|  |
| --- |
|  |

Рисунок 5 – Правильное положение мениска

а – прозрачный водный раствор; б – мутный или окрашенный водный раствор;

в – раствор органической жидкости, плохо смачивающей стекло.



Рисунок 6 – Наблюдение за правильностью установки мениска

в мерной колбе

Для *прозрачных водных растворов* касаться метки должен *нижний край* мениска, для *мутных и ярко окрашенных* водных растворов – *верхний* (рис. 5). При этом колбу держат перед собой *за верхнюю часть* шейки так, чтобы *метка находилась на уровне глаз* (рис. 6). В колбе большого объёма (500–2000 см3 (мл)) доводить до метки раствор следует, размещая колбу на ровной горизонтальной поверхности. Нельзя держать колбу за её нижнюю часть, так как может произойти искажение объёма за счёт тепла, сообщаемого рукой.

Растворитель, как и раствор в колбе, должен иметь температуру 20 °С. Доводить до метки горячие или холодные растворы нельзя, т.к. плотность жидкостей зависит от температуры и, следовательно, определяемый объём будет отличаться от объёма, указанного на мерной колбе. Спиртовые, водно-спиртовые растворы и растворы органических растворителей доводят до метки после выдерживания их при температуре 20 °С в течение 20 мин.

После доведения уровня жидкости до метки колбу закрывают пробкой, и, придерживая последнюю большим или указательным пальцем правой руки или ладонью, хорошо перемешивают полученный раствор, переворачивая колбу вверх-вниз не менее 7–10 раз. Несмотря на то, что после перемешивания уровень жидкости в мерной колбе опускается ниже кольцевой метки, т.к. часть раствора остается на пробке, доводить еще раз уровень жидкости до кольцевой метки после перемешивания нельзя.

При необходимости нагревают растворы в мерных колбах на водяной бане (до температуры, указанной в нормативной документации), затем перед доведением раствора до метки, колбы охлаждают и выдерживают при температуре 20 °С в течение 20–30 мин.

*Мерные пипетки.* Набирают жидкость в пипетку, используя дозатор или резиновую грушу.

Для наполнения любой пипетки уровень жидкости должен быть на
2–3 см выше метки. Пипетку следует держать строго вертикально, приподняв над раствором таким образом, чтобы метка находилась на уровне глаз, жидкость выпускать по каплям, пока край мениска раствора не совпадёт с меткой. Далее пипетку переносят в другой сосуд, прикасаясь её нижним концом к внутренней поверхности этого сосуда, и дают жидкости медленно стечь. При быстром выливании жидкости значительная часть её останется на стенках пипетки. Остаток жидкости (для пипеток с одной меткой или на полный слив) удаляют прикосновением кончика пипетки к краю наклоненного сосуда в течение нескольких секунд, затем слегка поворачивают пипетку вокруг оси. Остаток жидкости из пипетки выдувать нельзя, так как этот объём не учитывается при градуировке мерной лабораторной посуды. В случае полного выливания до носика, необходимо выдержать 15 с до удаления пипетки из приёмного сосуда.

*Объёмные бюретки.* Перед началом работы бюретку два раза промывают водой и дважды ополаскивают раствором, который в ней будет находиться.

Подготовленную к работе бюретку закрепляют вертикально в штативе, затем заполняют бюретку раствором через воронку с коротким концом, не доходящим до нулевого деления. Если бюретка имеет двухходовой кран (рис. 4в), то заполнение проводят, присоединяя к изогнутой трубке резиновый шланг от склянки с раствором. Бюретку наполняют жидкостью на несколько миллиметров выше нулевой линии и устанавливают опускающийся мениск на этой линии. Затем раствор спускают так, чтобы он заполнил бюретку до конца носика.

В бюретки со стеклянным краном забор жидкости осуществляется путём засасывания грушей через верхнее отверстие при открытом кране. Для удаления пузырьков воздухакончик бюретки с резиновой трубкой поднимают под углом, слегка открывают зажим и выпускают жидкость до тех пор, пока весь воздух не будет удалён.

Бюретку устанавливают на нуль *только после того*, как убедятся, что кончик бюретки заполнен раствором. Воронку, с помощью которой в бюретку наливают раствор, удаляют. Капли, оставшиеся на воронке, могут увеличивать объём жидкости в бюретке, что может привести к неправильному результату анализа.

Во время титрования нельзя касаться носиком бюретки стенок приёмного сосуда. Каплю, оставшуюся на носике после завершения выливания, добавляют к вылившемуся объёму прикосновением к внутренней стороне приёмного сосуда. Если для бюретки не установлено время ожидания, дожидаться стекания жидкости, оставшейся на стенках, не нужно.

Время выливания не должно превышать 45 с для бюреток объёмом 1 см3 (мл). Для некоторых бюреток 1-го (А) класса установлено время ожидания длительностью в 30 с. Только после этого раствор в бюретке устанавливают на нулевое деление, при этом в нижней её части не должно остаться ни одного пузырька воздуха. Если они останутся, объём жидкости, пошедшей на титрование, будет определён неправильно.

При заполнении объёмных бюреток (а также другой мерной лабораторной посуды) легко пенящимися жидкостями время ожидания для оседания пены должно быть длительным – до исчезновения последнего пузырька, а доведение до мениска осуществляется осторожно по стенкам заполняемого сосуда. Местом отсчёта уровня раствора в бюретке всегда выбирают нижний край мениска (рис. 4). По этому краю и калибруют бюретку. Только в случае непрозрачных растворов (калия перманганата растворы, йода растворы в растворе калия йодида и др.) необходимо делать отсчёт по верхнему краю мениска.

В бюретку с автоматическим нулём раствор, подаваемый снизу через трубку, поднимается до верхнего среза отростка, избыток его будет стекать из бюретки через трубку. После прекращения подачи раствора уровень его установится автоматически на верхнем срезе отростка. Первую метку на шкале такой бюретки обозначают 1 мл. Стеклянные краны бюреток должны быть очень слабо смазаны вазелином или сплавом ланолина с воском. Особенно опасна обильная смазка у микробюреток, поскольку она может подниматься вверх по бюретке и, загрязняя внутреннюю поверхность её, нарушает нормальное смачивание стенок бюретки раствором.

Растворы едких и углекислых щелочей держат в бюретках с зажимами, так как при хранении этих растворов в бюретках со стеклянными кранами часто происходит «заедание» кранов. Верхний конец бюретки закрывают от попадания пыли и испарения раствора маленьким стаканчиком или широкой, но короткой пробиркой.

*Установка мениска*

Перед каждым титрованием нужно обязательно установить уровень жидкости в бюретке на нулевое деление шкалы. Отсчёт объёма по бюретке проводят по соответствующему краю мениска (рис. 5), при этом глаза наблюдателя должны находиться на уровне мениска во избежание ошибки измерения.

Точное определение нижнего края мениска затруднено явлением отражения, возможны погрешности и от параллакса (относительное смещение мениска вследствие перемещения глаза наблюдателя), если глаза не будут находиться точно на высоте мениска. У мерных колб и пипеток метка окружает горло или трубку целиком, что позволяет взять точный отсчёт. У бюреток же метка занимает только часть окружности трубки. Поэтому для правильного отсчёта уровня раствора в бюретке применяют разные приспособления. Например, держат позади бюретки кусок белого картона или матовую стеклянную пластинку, либо надевают на бюретку бумажную рамочку.