

Министерство образования и науки Российской Федерации
Ярославский государственный университет им. П. Г. Демидова
Кафедра органической и биологической химии

ОСНОВЫ ПОСТАНОВКИ ХИМИЧЕСКОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

ЧАСТЬ 1

Практикум

*Рекомендовано
Научно-методическим советом университета для студентов,
обучающихся по направлению Химия*

Ярославль
ЯрГУ
2013

УДК 542(072)

ББК Г1я73

О75

Рекомендовано

*Редакционно-издательским советом университета
в качестве учебного издания. План 2013 года.*

Рецензент

кафедра органической и биологической химии
ЯрГУ им. П. Г. Демидова

Составители:

Р. С. Бегунов, А. Н. Валяева

Основы постановки химического эксперимента.

О75 Часть 1: практикум / сост. Р. С. Бегунов, А. Н. Валяева; Ярослав. гос. ун-т им. П. Г. Демидова. — Ярославль : ЯрГУ, 2013. — 76 с.

В практикуме рассмотрены основы техники эксперимента в химии, приемы работы в химической лаборатории. В первой части описаны материалы и приспособления, используемые для проведения химического эксперимента, приведены рекомендации по рациональному использованию химической посуды и ее очистке от загрязняющих веществ.

Предназначен для студентов, обучающихся по направлению 020100.62 «Химия» (дисциплины «Основы постановки научного эксперимента», «Основы техники лабораторных работ в химии», цикл Б2), очной формы обучения.

УДК 542(072)

ББК Г1я73

© ЯрГУ, 2013

1. МАТЕРИАЛЫ И ПРИСПОСОБЛЕНИЯ В ТЕХНИКЕ ЛАБОРАТОРНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

Для проведения любого химического эксперимента необходима стандартная химическая посуда, соединительные и запирающие узлы: шланги, пробки, шлифы; для создания нужной герметичности — качественные смазки и замазки. Монтаж самой малой установки невозможен без крепежных приспособлений и стендов. Почти всегда необходимы фильтры и теплоизолирующие материалы. Выбирая стеклянную или полимерную посуду, необходимо знать ее термическую и химическую устойчивость.

1.1. Стекло

Большая часть химической посуды и приборов изготавливается из стекла. Ниже приведены характеристики некоторых наиболее употребляемых сортов лабораторного стекла.

Кварцевое стекло состоит из диоксида кремния SiO_2 и является самым термостойким стеклом: коэффициент его линейного расширения в пределах 0–1000 °C составляет всего $6 \cdot 10^{-7}$. Поэтому раскаленное кварцевое стекло, опущенное в холодную воду, не растрескивается. Температура размягчения кварцевого стекла равна 1250 °C. Полное же плавление кварцевого стекла, когда из него можно изготавливать изделия, наступает при 1500–1600 °C.

Кварцевое стекло устойчиво в среде всех кислот, кроме HF и H_3PO_4 . На него не действуют до 1200 °C Cl_2 и HCl , до 250 °C — сухой F_2 . Нейтральные водные растворы NaF и $\text{H}_2[\text{SiF}_6]$ разрушают кварцевое стекло при нагревании. Оно *совершенно непригодно* для работ с водными растворами и расплавами гидроксидов щелочных металлов.

Даже кратковременный контакт с кварцевым стеклом большинства расплавов хлоридов металлов, расплавов щелочных металлов, магния и алюминия делают невозможным дальнейшее использование кварцевых изделий. При высокой температуре кварц ведет себя как сильная кислота и взаимодействует не только с основаниями, но и оксидами металлов.

Стекло марки «викор» обладает многими свойствами кварцевого стекла, т. к. содержит около 96 % SiO_2 .

Стекло марки «пирекс» является боросиликатным стеклом с содержанием не менее 80 % SiO_2 , 12–13 % B_2O_3 , 3–4% Na_2O и 1–2 % Al_2O_3 . Оно известно под разными названиями: корнинг (США), дюран 50, йенское стекло G20 (Германия), гизиль, монекс (Англия), ТС (Россия), совирель (Франция), симакс (Чехия).

Лабораторное стекло фирмы России выпускают нескольких марок: Л-50 (ТХС-2), № 29 (ХС-2), Л-80 (ХС-3), АМК (ХС-3). В соответствии с ГОСТ 21400-75 эти марки означают: ТХС-2 — термически и химически стойкое 2-го класса, ХС-2 и ХС-3 — химически стойкое стекло 2-го и 3-го классов.

1.2. Керамика, графит и асбест

Керамика (от греч. *keramos* — глина) — неметаллические материалы и изделия, получаемые спеканием глин и порошков оксидов металлов. В зависимости от химического состава различают оксидную, карбидную, нитридную и другие керамики.

В лабораториях обычного типа чаще всего применяют изделия из оксидной алюмосиликатной керамики на основе смеси SiO_2 и Al_2O_3 (фарфор, шамот, диас, диабаз) и керамику на основе Al_2O_3 (корунд), ZrO_2 , MgO и BeO .

Фарфор — белый керамический материал, просвечивающийся в тонком слое и обладающий характерным звучанием при ударе. Отличается водо- и газонепроницаемостью, механической прочностью. Термостойкость неглазурованного фарфора составляет 1400–1500 °С. Глазурованный фарфор менее термостоек. Вследствие легкоплавкости глазури его можно применять лишь до 1200 °С. При продолжительном нагревании такого фарфора уже при температуре около 1000 °С глазурь растрескивается и отслаивается.

Фарфор химически устойчив к действию большинства кислот и кислых расплавов, кроме HF и H_3PO_4 . Хлороводород разъедает фарфор при 800 °С, а выше 1000 °С фарфор разрушается от воздействия хлора. При одновременном присутствии в этих газах углеродсодержащих веществ действие HCl и Cl_2 проявляется при более низких температурах. Фарфор постепенно раз-

рушается также и при контакте с расплавами гидроксидов щелочных металлов, кальция и бария или их концентрированными водными растворами.

Фарфор применяют для изготовления тиглей, лодочек, чашек, ступок, шпателей, стаканов и других изделий. Тонкостенные фарфоровые тигли можно вносить прямо в пламя газовой горелки, а затем охлаждать до комнатной температуры. Толстостенные стаканы и чашки следует нагревать с осторожностью, их нельзя греть на открытом пламени, а следует применять сетки с асбестовой накладкой.

Шамот — керамический материал серовато-коричневого цвета, термостойкий до 1300–1400 °С. Если к шамоту добавить кварцевый песок, получается кварцевый шамот, выдерживающий температуру до 1500 °С. Шамот менее химически устойчив, чем фарфор, и более газопроницаем.

Шамот содержит 50–54 % SiO_2 и 42–45 % Al_2O_3 . Из шамота готовят муфели электропечей, тигли и кирпичи для газовых печей.

Динас — серовато-коричневый керамический материал, размягчающийся при 1350 °С и плавящийся при температуре выше 1650 °С. Изделия из динаса ниже 600 °С не переносят резких колебаний температур. Динас менее газопроницаем, чем шамот. Кислоты, кроме HF , на динас не действуют. Динас состоит на 95 % из SiO_2 и содержит еще 2–4 % CaO . Главное достоинство изделий из динаса — сохранение формы без какой-либо усадки до самого момента плавления.

Диабаз — материал серо-черного цвета с синеватым оттенком, отличающийся твердостью и химической устойчивостью. Температура начала размягчения диабаза равна 1000 °С, а твердость по шкале Мооса — 7,8. Изделия из диабаза устойчивы к действию почти всех агрессивных сред, кроме HF , $\text{H}_2[\text{SiF}_6]$ и расплавов гидроксидов щелочных металлов.

Из диабаза готовят чаши, тигли, лодочки и трубки путем отливки его расплава в металлические формы.

Корунд — прозрачный твердый огнеупорный материал с температурой плавления 2044 °С. Температура начала деформации изделий из корунда под нагрузкой 0,2 МПа составляет

около 1900 °С. Твердость по шкале Мооса равна 9. Корунд отличается исключительно высокой химической стойкостью. Посуда из корунда до 1700 °С не поддается воздействию всех газов, кроме фтора, который начинает разрушать корунд при температуре выше 500 °С. Изделия из корунда неприменимы только для работ с фторсодержащими расплавами, расплавами гидроксидов, карбонатов, нитратов и гидросульфатов щелочных металлов, с которыми он начинает взаимодействовать при 1000 °С. При более высокой температуре корунд реагирует с SiO_2 с образованием алюмосиликатов.

Керамика из диоксида циркония — белая или серая сплавленная масса, обладающая очень высокой прочностью, сохраняющейся до 1300–1500 °С. Температура начала деформации изделий из этой керамики под нагрузкой составляет 2300–2400 °С. Теплопроводность ее значительно ниже, чем теплопроводность всех других керамических материалов из оксидов металлов, что позволяет использовать такую керамику в качестве высокотемпературной теплоизоляции. Резкие колебания температур керамика не выдерживает. Она обладает высокой химической стойкостью в средах, содержащих вещества кислого и основного характера. В частности, керамика не разрушается под действием концентрированной фтороводородной, хлороводородной, азотной и фосфорной кислот до температуры 120 °С.

Тигли из ZrO_2 выдерживают воздействие расплавов K, Na, Sb, Bi и Pb до температур 700 °С; Mg и Al — до температур 1000 °С, а Si, Fe, Ni, Co, Pt, Ti и Pd — до температур 1600 °С.

Графит — вещество черного цвета с металлическим блеском, аллотропная модификация углерода, наиболее устойчивая в обычных условиях. Графит характеризуется высокой пористостью и химической инертностью. При 400 °С он начинает окисляться кислородом воздуха и взаимодействовать с оксидами азота, а с галогенами образовывать соединения включения.

В химической практике используют изделия из стеклогуглерода и пирографита.

Стеклографит — очень твердое вещество черного цвета с металлическим блеском, термически устойчивое до температу-

ры 3000 °С. Этот вид графита практически не реагирует с фтороводородной, азотной и серной кислотами и их смесями, с бромом и фтором, с расплавами многих металлов, фторидов, сульфидов и теллуридов. Даже при температуре 1500 °С стеклоуглерод стоек в парах мышьяка и сурьмы. При температуре до 400 °С подвергается окислению в незначительной степени.

Изделия из стеклоуглерода (тигли, лодочки, чашки) используют для работ с особо чистыми веществами. Получают стеклоуглерод путем специальной графитизации целлюлозы при 2500–3000 °С.

Пирографит — плотное черное вещество, напоминающее во многом стеклоуглерод. Пирографит не взаимодействует при температуре ниже 1400 °С с оксидами кремния, циркония, бериллия, алюминия и магния. Ниже 300 °С он устойчив к действию расплавов щелочных и щелочноземельных металлов, свинца, висмута, олова и галлия. На него не действуют при температуре ниже 600 °С расплавы алюминия и цинка.

При температурах, не превышающих 1500 °С, в изделиях из пирогرافита можно проводить в инертной среде работы с нитридами, силицидами и боридами металлов.

Асбест — огнестойкий природный минерал из группы гидросиликатов волокнистого строения, обладающий способностью расщепляться на тонкие прочные волокна.

Термическая устойчивость асбеста зависит от состава образующего его минерала. Так, серпентиновый асбест $\text{Mg}_6(\text{OH})_8(\text{Si}_4\text{O}_{10})$ при температуре выше 400 °С теряет почти всю химически связанную воду, что понижает механическую прочность на 35 %, выше 700 °С разрушается вся структура минерала, а при температуре 1550 °С наступает его плавление. Антофилитовый асбест $(\text{Mg,Fe})_7(\text{OH})_2(\text{Si}_4\text{O}_{11})_2$ не изменяется при нагревании до 900 °С. Среди различных видов асбеста наиболее кислотоустойчивый амфиболовый асбест. На него не действуют разбавленные водные растворы кислот, кроме фтороводородной, не изменяется он и в щелочной среде.

Асбест применяют в виде ваты, бумаги, картона, ткани. Асбестовую вату следует всегда держать слегка увлажненной, чтобы из-

бежать образования асбестовой пыли, которая вызывает тяжелую разновидность силикоза — асбестоз. Операции с асбестовой ватой необходимо проводить в вытяжных шкафах и в перчатках, защищая органы дыхания при помощи респираторов типа «лепесток».

1.3. Полимерные материалы

Фторопласт-4 — политетрафторэтилен с повторяющейся формульной единицей $(-\text{CF}_2-\text{CF}_2)_n$ — обладает высокой химической устойчивостью. На фторопласт-4 не действуют кипящие фтороводородная, серная, азотная, фосфорная кислоты и их различные смеси. Не изменяется он в расплавах КОН, NaOH и $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$. Полимер стоек в кипящих органических растворителях. Фтор, трифторид хлора, дифторид кислорода оказывают заметное действие на фторопласт-4 только при температуре выше 150°C . Щелочные металлы и их оксиды при температуре выше 200°C быстро разрушают полимер.

Изделия из фторопласта-4 применяют в интервале температур от -190 до $+260^\circ\text{C}$. Разложение полимера начинается при температуре выше 360°C .

Из этого полимера производят стаканы, чашки, трубки, шланги, сильфоны, пластины для фильтрования.

Фторопласт-3 — полихлортрифторэтилен с формульной единицей $(\text{CF}_2-\text{CClF})_n$. Это прозрачный полимер, несколько уступающий фторопласту-4 по химической и термической устойчивости. Фторопласт-3 начинает разлагаться при температуре выше 200°C . Сосуды из него можно охлаждать жидким азотом, не опасаясь растрескивания, они не теряют при этом своей газонепроницаемости.

Фторопласт-3 стоек к действию большинства кислот, растворителей и окисляющих реагентов, включая фтор. При нагревании полимер набухает в хлорсодержащих растворителях (CCl_4 , CHCl_3 , CH_2Cl_2 и др.), толуоле, диэтиловом эфире, с увеличением массы до 20 %.

Из фторопласта-3 производят мерную посуду, колбы, чашки и различные узлы установок для получения особо чистых веществ.

Полиэтилен — молочно-прозрачный полимер с формульной единицей $(-\text{CH}_2-)_n$. Он известен двух видов: полиэтилен высокого

давления (политен, луколен), устойчивый до 100 °С, и полиэтилен низкого давления (хостален), сохраняющий свою прочность до 120 °С. В сосудах из полиэтилена низкого давления можно кипятить воду, не опасаясь изменения их формы. Однако он не переносит охлаждения до низких температур и уже при температуре ниже –30 °С становится твердым, как стекло.

На полиэтилен обоих видов даже при температуре 100 °С не оказывают действия концентрированные галогеноводородные кислоты, кроме HF, H₃PO₄, 30 %-й HNO₃ и 50 %-го водного раствора KOH или NaOH. В концентрированной H₂SO₄ он устойчив при температуре ниже 40 °С, в ее среде полиэтилен лишь светлеет. В органических растворителях полиэтилен набухает. Среди всех полимерных материалов полиэтилен обладает наименьшей проницаемостью для водяных паров.

Из полиэтилена производят мерную посуду для работ с фтороводородной кислотой любой концентрации.

Полипропилен — полимер с формульной единицей $[-CH_2-CH(CH_3)-]_n$ — устойчив к воздействию температур от –20 до +140 °С. По химической устойчивости полипропилен уступает только фторопластам. При температуре 20 °С на него не действуют водные растворы всех галогеноводородных кислот, фосфорная, хлорная (до 10 %), азотная (до 50 %) и серная (до 90 %) кислоты. Он не разрушается в водных растворах гидроксидов калия и натрия, аммиака, пероксида водорода.

Ароматические, алифатические и хлорированные углеводороды вызывают при температурах 25–30 °С лишь небольшое набухание полимера. Органические кислоты и галогены абсорбируются полипропиленом и медленно диффундируют через него. Для полипропилена характерна высокая стойкость к многократным изгибам и истиранию.

Из полипропилена готовят высококачественную мерную посуду и многочисленные изделия лабораторного назначения, шланги и пробки.

Поливинилхлорид — полимер с формульной единицей состава $(-CH_2-CHCl-)_n$. Он может быть и прозрачным, и окрашенным в светлый красно-коричневый цвет. Полимер применяют

в температурном интервале от -20 до $+60$ °С; при более высокой температуре поливинилхлорид переходит в резинообразное состояние, а при температуре ниже -20 °С становится ломким. При нагревании до 110 °С и выше полимер разлагается с выделением HCl .

Поливинилхлорид устойчив к действию водных растворов солей, KOH и NaOH (до 50 %), концентрированных водных растворов галогеноводородных кислот, этанола, метанола и алифатических углеводов. Все другие органические растворители вызывают набухание полимера.

Поливинилхлорид растворяется в циклогексаноне, диметилформамиде, ацетоне, ограниченно — в бензоле.

Полиакрилаты — полиэфиры различных дикарбоновых кислот и двухатомных фенолов (марки Ф-1, Ф-16, Д-1 и др.). Они обладают достаточной термической устойчивостью (до 200 – 300 °С). Особенно устойчив к нагреванию полиакрилат Ф-16 (полифенолфталеиндифенилфталиддикарбонат) и полиакрилаты на основе гексафтордиана и бис-(4-оксифенил)флуорена, выдерживающие нагревание соответственно до 320 и 500 °С.

Полиакрилаты не взаимодействуют с водой и не растворяются в органических растворителях, кроме хлорированных углеводов. Это перспективный конструкционный материал для изготовления химической посуды и других изделий.

1.4. Металлы

Металлы находят сравнительно ограниченное применение для изготовления химической посуды, если не считать сосудов, работающих под давлением. Исключение составляют изделия из платины и некоторых платиновых металлов, золота, серебра и никеля и отчасти из хромоникелевой стали.

Платина — серебристо-белый пластичный металл, плавящийся при 1772 °С. Для изготовления посуды и приборов ее легируют иридием, повышающим механическую и химическую устойчивость металла. Платиновые изделия не взаимодействуют при 25 °С с галогеноводородными кислотами, серной, фосфорной и азотной кислотами. Платина устойчива в атмосфере хлора до 260 °С, в атмосфере фтора — до 480 °С, на нее не действу-

ют полисерные кислоты до 400 °С, а ортофосфорная кислота — до 100 °С. Разрушается платина в среде селеновой кислоты, в хлороводородной кислоте, насыщенной хлором, в смеси азотной и хлороводородной кислот, в водных растворах полийодатов щелочных металлов и в жидких фторидах галогенов.

Особенно опасно плавить и прокаливать в платиновой посуде гидроксиды, нитраты, карбонаты, пероксиды, надпероксиды и озониды щелочных металлов. Нельзя допускать контакта с платиной SiO_2 в присутствии восстановителей и плавить в платиновых тиглях стекло выше 900 °С.

Применяют платину для изготовления тиглей, лодочек, чашек, трубок шпателей, электродов, термопар и электронагревателей, широко используют в физико-химических приборах.

Серебро — мягкий белый металл, плавящийся при 962 °С. Для повышения механической и химической устойчивости его легируют никелем до 0,1 %. Такой сплав незаменим при работе с расплавами гидроксидов и карбонатов щелочных металлов.

Галогеноводородные и серная кислоты при 25–30 °С на серебро не действуют, а азотная и нагретые концентрированные водные растворы фосфорной и серной кислот, а также водные растворы цианидов щелочных металлов в присутствии кислорода воздуха разрушают серебряные изделия.

Из серебра производят тигли, лодочки, чашки, шпатели и проволоку.

Никель — серебристо-белый пластичный металл, плавящийся при 1455 °С. Выше 800 °С окисляется с поверхности кислородом воздуха, медленно взаимодействует с разбавленными водными растворами хлороводородной и серной кислот, более энергично — с разбавленным водным раствором азотной кислоты и галогенами. Концентрированные азотная и серная кислоты пассивируют металл. Никель устойчив к действию фтора до 600 °С.

Основное достоинство никеля — инертность к воздействию расплавов и концентрированных растворов щелочей. Поэтому из него готовят лодочки, чашки и тигли для работ в этих средах вместо более дорогих серебряных изделий.

1.5. Материалы для фильтрации

Ассортимент материалов для фильтрации достаточно широк: бумага, мелкопористое стекло, волокнистые полимерные вещества, керамика, асбест, стекловолокно, пористый графит и др. Выбор материала фильтра определяется состоянием осадка и составом раствора и их взаимодействия с материалом фильтра.

Фильтровальная бумага — продукт щелочной или кислотной переработки коротковолокнистой целлюлозы. Она гигроскопична и в воздушно-сухом состоянии содержит 5–6 % воды.

Фильтровальная бумага поступает в продажу в виде листов и кружков различного диаметра. Качество бумаги определяют количеством золы, остающейся после ее сжигания, и пористостью. На каждой пачке круглых фильтров указывают массу золы. Фильтр считают беззольным, если после его сжигания масса золы не превышает $7 \cdot 10^{-5}$ г.

Плотность (пористость) фильтровальной бумаги каждая фирма обозначает своими знаками. В частности, черной или розовой лентой на пачке круглых фильтров большинство фирм отмечает крупную пористость бумаги со средним размером пор порядка 3,5–4,0 мкм. Белой лентой обозначают бумагу средней пористости (3,0–3,5 мкм), а синей — мелкопористую (1,0–1,1 мкм), предназначенную для фильтрации мелкозернистых осадков. Проницаемость такого фильтра для воды составляет 0,001 мл/(см²·с) при давлении 10 мм вод. ст.

Фильтровальную бумагу нельзя использовать для фильтрации горячих водных растворов сильных кислот и щелочей. Она в их среде превращается в студенистую массу, хотя химический состав ее заметно не изменяется. Бумага разрушается и водными растворами пероксида водорода, и азотной кислоты даже невысокой концентрации.

Бумажная масса. Бумажную массу применяют для фильтрации студенистых и слизистых осадков. Она помогает превращению таких осадков после прокаливании в тонко разрыхленное состояние, а не в сплошной комок. Массу прибавляют к осадку после его образования и тщательно с ним перемешивают, а затем отфильтровывают, используя необходимые фильтры. Ее не при-

бавляют в тех случаях, когда осадок переводят в раствор для последующего переосаждения.

Массу готовят, сильно встряхивая мелкие кусочки беззольной фильтровальной бумаги с горячей чистой водой в конической колбе, закрытой притертой стеклянной пробкой, до получения однородной сметаноподобной массы. Для удаления из нее различных примесей массу нагревают 15–20 мин со смесью концентрированной хлороводородной кислоты, насыщенной бромом, и воды в соотношении 1:7 по объему. Затем массу отфильтровывают на стеклянном фильтре и тщательно промывают особо чистой водой.

Стеклянные фильтры — это пластинки из размельченного и затем спеченного стекла разного состава. Они могут быть плоскими, круглыми, выпуклыми, отшлифованными со всех сторон или только с боков, цилиндрическими и коническими, патронными, прямоугольными, в зависимости от места расположения в приборе и условий разделения твердой и жидкой фаз. Стеклянные фильтры различаются по пористости и толщине (табл. 1).

Таблица 1

Проницаемость стеклянных фильтров

<i>№ фильтра</i>	<i>Средний размер пор, мкм</i>	<i>Толщина пла- стинки, мм</i>	<i>Проницаемость для H_2O, мл/(см²·с·Па)</i>
00	250–500	3,9	$3 \cdot 10^{-4}$
0	160–250	3,5	—
1	100–160	3,3	$2 \cdot 10^{-4}$
2	40–100	3,0	—
3	16–40	2,8	$2 \cdot 10^{-4}$
4	10–16	2,3	$3 \cdot 10^{-5}$
5	3–6	2,2	$2 \cdot 10^{-6}$

Примечание. Данные табл. 1 имеют ориентировочное значение. Фильтры с номером 00 применяют для механической очистки газов, фильтры с номерами 0 и 1 — для удаления из жидкостей крупнозернистых осадков, а фильтры с номерами 2–5 — в аналитической практике и физико-химических исследованиях.

Еще не использованные стеклянные фильтры перед применением следует для удаления поверхностных загрязнений и частичек пыли промыть с отсасыванием нагретой хлороводородной кислотой, а затем чистой водой.

Через стеклянные фильтры можно фильтровать концентрированные кислоты, кроме фтороводородной, и разбавленные водные растворы щелочей. Нагретые концентрированные растворы последних разрушают стеклянные фильтры.

Достоинством стеклянных фильтров являются сравнительная легкость их очистки, промывки и высушивания осадка, возможность быстрого фильтрования под вакуумом и взвешивания вместе с фильтром.

Стеклянные фильтры можно нагревать до 350 °С при медленном повышении температуры с последующим постепенным охлаждением. Их нельзя нагревать на открытом пламени и подвергать резким изменениям температуры.

Фильтры из пористого фарфора применяют в тех случаях, когда отфильтрованные осадки нужно прокалить, не снимая с фильтра. Они, как и стеклянные фильтры, непригодны для фильтрации нагретых концентрированных водных растворов щелочей. В частности, 60 %-й водный раствор КОН при 160 °С разрушает пористый фарфор в течение 1 ч.

Тканевые фильтры. Ассортимент тканевых фильтров из полимерных веществ достаточно велик. Нужный фильтр следует выбирать, исходя из состава суспензии, вида растворителя и температуры разделяемых фаз.

Полиакрилонитриловые ткани (нитрон, орлон, плутон) отличаются высокой прочностью в сухом и влажном состоянии. Они пригодны для фильтрования концентрированных серной и хлороводородной кислот, концентрированных водных растворов щелочей даже при 100 °С.

Полиамидные ткани (капрон, нейлон, анид) также устойчивы к действию водных растворов щелочей при температурах, близких к 100 °С, и выдерживают воздействие разбавленных кислот при обычных температурах. Бумага из нейлона-44 (поли-м-фениленизофталамида) выдерживает на-

гревание до 250 °С без изменения прочности и не растворяется в органических растворителях.

Полиэтиленовые ткани можно применять в среде органических и неорганических кислот, в водных растворах щелочей при температурах до 110 °С.

Полиэфирные ткани (лавсан, терилен, дакрон) отличаются большой термостойкостью (до 150 °С). Ткани не разрушаются в среде окислителей и кислот, но быстро теряют свою прочность в нагретых водных растворах щелочей.

Вспомогательные вещества для фильтрования. Так называют вещества, добавляемые к суспензиям для сохранения скорости фильтрования, предотвращения слеживаемости осадков и закупоривания фильтров частичками осадков. К ним относят бумажную массу, асбест, перлит, силикагель, активированный уголь и диатомит.

Вспомогательное вещество либо добавляют к суспензии (0,01–4,0 % от ее массы), либо наносят тонким слоем на используемый фильтр перед фильтрованием.

Вспомогательные материалы применяют в тех случаях, когда в последующих операциях нужен только фильтрат. Исключение составляют бумажная масса и активированный уголь, предварительно обработанный кислотами. Они при прокаливании осадка сгорают, почти не оставляя золы. В точных аналитических работах и при получении особо чистых веществ вспомогательные материалы при фильтровании не применяют.

1.6. Резина и каучуки (пробки и шланги)

Резина — продукт вулканизации каучука, обладающий способностью к большим обратимым деформациям. Температура эксплуатации обычной резины колеблется в интервале от –50 до 150 °С. Теплостойкие резины выдерживают температуру до 200 °С, а морозоустойчивые до –150 °С.

Термическая деструкция резины сильно ускоряется в присутствии кислорода и других окислителей. При температуре ниже –20 °С обычная резина становится хрупкой. При температуре ниже +70 °С на нее не действуют концентрированные водные растворы оснований и кислот, кроме серной и азотной.

Разрушают резину такие окислители, как пероксид водорода, галогены, водные растворы дихроматов и перманганатов щелочных металлов.

Резина набухает в органических растворителях и способна растворять в заметных количествах газы, особенно такие как SO_2 , NH_3 , H_2S , CO_2 , N_2O , CH_4 , O_2 , CO и N_2 , в меньшей степени H_2 и He . Эти газы медленно проникают через резину. Она проницаема также для пара воды, поэтому применение ее в вакуумной технике ограничено.

Резина стареет в атмосфере O_2 и на свету, при этом ее поверхность сначала становится клейкой, а затем хрупкой, после чего резина растрескивается.

Кремнийорганический каучук (силоксановый, силиконовый каучук) — полимер $(-\text{R}_2\text{SiO}-)_n$. Такой каучук более термически устойчив, чем резина из натурального или синтетического каучука. Продолжительность эксплуатации изделий из кремнийорганического каучука на воздухе при 120°C составляет 10–20 лет, а при 200°C — 1 год. Однако газопроницаемость этого каучука в десятки раз выше, чем натурального.

Силоксановый каучук устойчив в среде большинства кислот, кроме фтороводородной и концентрированных азотной и серной. Полимер постепенно разрушается концентрированными водными растворами KOH и NaOH , набухает и растворяется в CCl_4 , CHCl_3 , простых и сложных эфирах, углеводородах.

Резиновые пробки применяют в тех случаях, когда вещество, находящееся в закрываемом сосуде, не действует на резину и не вызывает ее набухания.

Перед употреблением новые резиновые пробки нагревают в 2–5 %-м водном растворе KOH или NaOH , а затем в чистой воде и хранят в закрытом сосуде из темного стекла.

Для предохранения пробок от затвердевания и растрескивания в процессе длительной эксплуатации при температурах 80 – 100°C их пропитывают парафином. В расплавленный парафин пробки опускают на 30–60 с, а затем помещают в фарфоровой чашке в нагретый до 100 – 105°C сушильный шкаф. Парафин постепенно растворяется в резине и сохраняет ее эластичность.

Резиновые и полимерные трубки (шланги), еще не бывшие в употреблении, следует перед применением промыть чистой водой или разбавленным водным раствором NaOH. Если через резиновую трубку пропускали хлор или газы кислотного характера (HCl, SO₂ и др.), то после работы ее необходимо промыть водой, затем раствором карбоната натрия и снова водой. Иначе на внутренней поверхности трубки образуются мелкие трещины.

При надевании резиновой трубки на стеклянную следует последнюю слегка смочить водой или глицерином. Смазывать резиновую трубку какими-либо маслами нельзя, т. к. от этого резина разбухает и становится менее эластичной.

Перед надеванием на стеклянную трубку конец шланга из полиэтилена или полихлорвинила погружают в горячую воду, при этом он становится более эластичным и легко надевается на стеклянную трубку. При работе с вакуумом или под давлением стеклянные трубки следует присоединять друг к другу по возможности встык. Толстостенный вакуумный шланг должен по размеру строго подходить к стеклянной трубке, снабженной на конце рядом сужений и расширений («оливой», см. рис. 1 з). Вакуумный шланг нужно натягивать на трубку не менее чем на 2–3 см, предварительно смазав конец трубки тонким слоем силиконового масла или безводным глицерином, к которому добавляют до 30 % талька. Тем самым предотвращается прилипание шланга к трубке.

При использовании шлангов из полимерных материалов не надо забывать, что органические растворители вымывают из них пластификаторы (исключение — фторопластовые шланги) и шланги со временем становятся твердыми и хрупкими. Преимущество таких шлангов по сравнению с резиновыми — их прозрачность и более высокая химическая устойчивость.

Помимо резиновых химические сосуды закрывают стеклянными пробками и пробками из полимерных материалов.

Стеклянные пробки (см. рис. 1 з) являются составной частью сосуда и всегда пришлифованы к его горлу. Чтобы не путать пробки, на них и на сосудах надо проставлять одинаковые номера. Когда сосуд ничем не заполнен, между пробкой и горлом сосуда

The image contains several technical drawings of a mechanical device, likely a pump or valve, with various views and components labeled with numbers.

- Top Left:** A cross-sectional view of a component, possibly a valve or pump head, showing internal features and a central vertical axis.
- Top Center:** A detailed view of the device's internal mechanism, showing a central shaft (1) passing through a housing (2) with internal components (3) and a lower section (4).
- Top Right:** A view of the device's upper section, showing a central body (1) with two side arms (2).
- Bottom Left:** A view of the device's lower section, showing a central body (1) with a curved, hinged arm (2) and a base (3).
- Bottom Center:** Two views of the device's lower section. The left view shows a side profile with a curved arrow indicating rotation. The right view shows a front profile with an upward arrow indicating movement.
- Bottom Right:** A series of five numbered components (1-5) shown in a vertical sequence, likely representing the assembly or disassembly of the device's upper section. Component 1 is the largest, followed by 2, 3, 4, and 5 is the smallest.

18

При продолжительном хранении сосуда с тем или иным веществом стеклянные пробки часто заедает. Чтобы вынуть такую пробку, ее следует прежде всего постараться повернуть вокруг оси или раскатать, нажимая на нее сбоку то вправо, то влево, осторожно постукивая каким-либо деревянным предметом. Так почти всегда удастся извлечь застрявшие пробки. Если этот прием не дает результатов, следует осторожно нагреть горло сосуда на небольшом коптящем пламени горелки, свечи, спички или под струей горячей воды, вращая сосуд. Если в сосуде находится огнеопасное вещество, то горло нагревают только горячей водой. Нагревание должно быть кратковременным, чтобы нагрелось только горло сосуда, а не сама пробка. После такого нагрева горло несколько расширяется, и при боковом постукивании пробку удастся вынуть.

Когда в шлифе закристаллизовалось вещество, сосуд ставят пробкой вниз в теплую воду на час-другой. После такой обработки пробка обычно легко извлекается. Извлечь пробку, которую сильно заело, можно только при достаточном запасе терпения.

Нельзя хранить в сосудах со стеклянными пробками щелочи и их водные растворы. Пробки из таких сосудов часто не извлекаются ни одним из указанных выше приемов.

Пробки из полимерных материалов (фторопластовые, полиэтиленовые и полипропиленовые) очень удобны для закрывания стеклянных сосудов. Эти пробки никогда не заедает в горлах, они более химически устойчивы и создают надежную герметичность.

Некоторые фторопластовые пробки для удобства извлечения из горла сосуда снабжают стержнем с резьбой и круглой с насечкой гайкой (см. рис. 1 д).

Для герметичной долговременной изоляции вещества от воздействия кислорода и влаги воздуха применяют составные полимерные пробки, конструкция которых показана на рис. 1 е.

Сверление резиновых пробок производят при помощи набора ручных сверл (рис. 2 а), представляющих собой металлические тонкостенные трубки с ручкой или отверстием на одном конце, в которое вставляют стержень. Другой конец трубки за-

точен. Для заточки трубки ее надевают плотно на коническую часть специального ножа (рис. 2 б), нож прижимают большим пальцем левой руки к сверлу, а правой рукой поворачивают трубку сверла вокруг конуса (рис. 2 в), не нажимая сильно на нож, в противном случае возможно образование на сверле зазубрин. Для точки сверла можно использовать также брусок или напильник с мелкой насечкой. Во всех случаях затачивается только внешняя часть сверла.

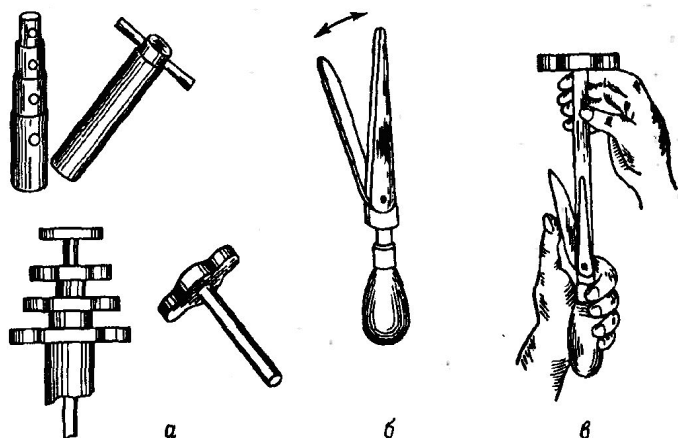


Рис. 2. Наборы сверл (а), нож для точки сверл (б) и заточка сверл (в)

Сверлят пробку со стороны ее меньшего основания, применяя как смазку глицерин или водный раствор аммиака, вазелиновое масло или обычный мыльный раствор. При сверлении сверло следует чаще вынимать из пробки и повторно смазывать. Сверло при сверлении поворачивают в пробке с небольшим нажимом, поддерживая его в направлении, перпендикулярном к просверливаемому основанию пробки.

Когда большая часть пробки просверлена, ее ставят широким основанием на дощечку и прорезают более сильным нажимом при поворачивании, но сверло не должно при этом врезаться в дерево. Затем сверло вынимают и выбирают из него вырезанную часть пробки при помощи стержня, входящего в набор сверл.

Диаметр вырезанного отверстия должен быть чуть меньше диаметра вставляемой трубки. Просверленную пробку промывают тщательно чистой водой, а затем этанолом и высушивают. Расширяют отверстие в пробке только при помощи круглого напильника. Применять для этой цели сверло большего диаметра нельзя — оно будет не сверлить, а растягивать и крошить пробку. Перед вставлением трубок полученные отверстия смазывают глицерином или вазелиновым маслом, а то и просто водой, трубки захватывают пальцами в непосредственной близости от отверстия в пробке.

1.7. Смазки, замазки и уплотняющие средства

Смазывать в лабораториях приходится прежде всего шлифы. Обычные стеклянные шлифы в сухом состоянии не являются герметичными даже при весьма тщательном изготовлении и без смазки при поворачивании одной пришлифованной поверхности относительно другой на них появляются «задиры», выводящие шлиф из строя.

К смазкам предъявляют довольно высокие требования: они должны обладать химической стойкостью, нерастворимостью хранящейся или протекающей жидкостью, выдерживать нагрев 100 °С, а при работе с вакуумом — обладать низким давлением пара. Вязкость смазки должна обеспечивать возможность проворачивания пришлифованных поверхностей друг относительно друга без потери герметичности, но не должна при этом выдавливаться из шлифа.

Жировая смазка Рамзая используется при работе с вакуумом. Она представляет собой раствор сырого каучука в вазелине и парафине. Для ее получения смешивают сырой каучук, вазелин и парафин в соотношениях от 7:3:1 до 16:8:1.

Сначала в химический стакан помещают вазелин и ставят на паровую баню, затем добавляют кусочки каучука, после чего стакан закрывают часовым стеклом и оставляют стоять на бане до тех пор, пока весь каучук не перейдет в раствор. Только тогда в раствор добавляют кусочки парафина до полного их растворения.

Силиконовая смазка — смесь бесцветных кремнийорганических соединений, характеризующихся химической инертностью, гидрофобностью, термоокислительной стабильностью, относи-

тельно малым изменением вязкости с изменением температуры. Смазка обладает очень малым давлением пара и может быть использована при температурах до 200 °С. Следует отметить, что краны с силиконовой смазкой не должны долго бездействовать, поскольку их заедает. Однако при нагревании такие краны почти всегда удастся привести в пригодное для работы состояние.

Фторопластовая смазка — смазка на основе фторопласта-3 с низкой степенью полимеризации. На такую смазку не действует озон, триоксид серы, дымящая азотная кислота, галогены и другие сильные окислители. Смазочные свойства фторопластовой смазки уступают только свойствам силиконовой.

Высоковакуумная смазка. При работе с высоким вакуумом применяют смазку, состоящую из 1–3 % поливинилового спирта, 15–20 % маннита или сахарозы и глицерина. После перемешивания смесь нагревают до 130 °С до полного растворения маннита. Масса после охлаждения затвердевает, но в шлифах хорошо растирается. Ее сохраняют в эксикаторе. Смазка дает возможность поддерживать вакуум порядка 0,001 Па. Смазка растворима в низших спиртах и кетонах.

Для ее получения в 45 г тетраэтиленгликоля растворяют при нагревании 140 °С и перемешивании 7,5 г ацетилцеллюлозы, добавляемой постепенно виде мелких кусочков. Отдельно нагревают на масляной бане при 190 °С 30 г лимонной кислоты, к которой приливают первый раствор. Смесь нагревают 90 мин до 180–190 °С. Затем ее разливают в предварительно подогретые стеклянные стаканы и быстро переносят их в вакуум-эксикатор. Хранят смазку в хорошо закрытых сосудах.

Замазки чаще всего используют в вакуумной технике для шлифов и уплотнений, которые должны оставаться неподвижными. Они могут обратимо затвердевать и размягчаться или необратимо скреплять соединения. К обратимо затвердевающим относят пиццин, оппанол, замаску Крёнига и апиезоновый воск.

Замаска Крёнига представляет собой смесь воска и канифоли в соотношении 1:4. При 55 °С она превращается в жидкость, затвердевающую при 47 °С. Замаска нерастворима в воде, не растворяется в бензоле, нитробензоле.

При ее использовании части шлифа слегка нагревают, затем внутреннюю поверхность обмазывают куском замазки и быстро, без вращения, соединяют пришлифованные поверхности. Для разборки узла его снова нагревают, разъединяют части, а остатки замазки смывают смесью этанола и тетрахлорида углерода.

Необратимо затвердевающие замазки: эпоксидная смола, глицерат свинца, менделеевская замазка, цемент Сореля, асбестобариевый силикат, цинковый цемент.

Менделеевская замазка — смесь канифоли, воска, оксида железа (III) и олифы. Ее употребляют для скрепления стекла со стеклом и стекла с металлом. Если замазки нет в продаже, то ее можно приготовить.

Расплавляют 25 г пчелиного воска на слабом огне в металлической чашке и снимают пену. Затем постепенно при помешивании добавляют 100 г порошкообразной канифоли и смесь нагревают до 150–200 °С. Когда пена исчезнет, расплаву примешивают 40 г Fe_2O_3 и после исчезновения пены доливают 1 г льняной олифы. Чем ее больше, тем мягче будет замазка. Если пена больше не образуется, то нагрев прекращают и расплав переливают в формы из пергаментной бумаги, к которой замазка не пристает. Перед использованием замазку расплавляют.

Цемент Сореля готовят следующим образом. В концентрированный водный раствор хлорида магния MgCl_2 , содержащий 5 г соли, вносят сильно прокаленный, а затем охлажденный оксид магния MgO (10 г). Полученное тесто через несколько часов затвердевает.

Цемент Сореля разрушается в кислых средах, но устойчив к действию органических растворителей и водных растворов щелочей.

1.8. Монтажные приспособления, крепежные изделия и амортизаторы

Для закрепления химической посуды и приборов в различных установках применяют монтажные приспособления (штативы, столики и т. д.) и крепежные изделия в виде муфт, захватов («лапок»), колец, шарниров и т. п., обеспечивающих безопасность и удобство эксплуатации приборов и установок.

Штативы. Традиционный универсальный штатив Бунзена (рис. 3 а) может иметь различные размеры и всегда снабжается фирмой-изготовителем набором держателей-захватов (лапок) и колец.

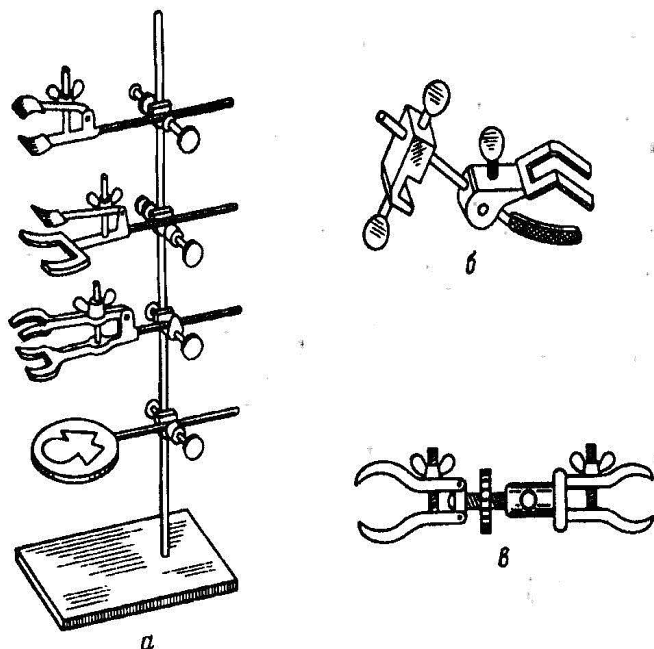


Рис. 3. Универсальный штатив Бунзена (а).

Разные виды захватов-держателей
для трубок различного диаметра (б) и спаренные захваты (в)

Захваты для холодильников и колб с горлом большого диаметра имеют три дужки (пальца), а захваты для трубок небольшого диаметра — две дужки. На пальцы захватов всегда надевают обрезки резиновых трубок, если захваты не имеют фабричного эластичного покрытия, предохраняющего от разрушения зажимаемое стеклянное изделие.

Муфты захватов могут иметь конструкцию, позволяющую закреплять захваты под разными углами к стойке штатива (рис. 4 а, б), допускающую вращение самих захватов (рис. 4 в).

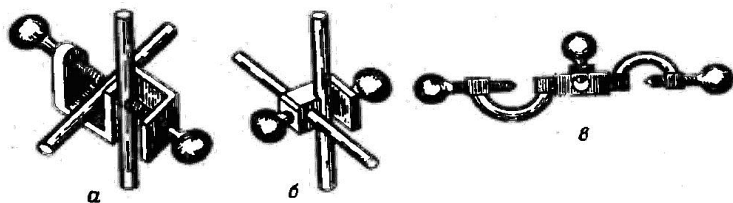


Рис. 4. Муфты различных конструкций

Винты муфт следует периодически смазывать силиконовой или фторопластовой мазью, а на захватах, кольцах и стойках штативов — обновлять защитное покрытие.

Столики и держатели. Для поддержания колб и других предметов на нужной высоте применяют кольца, при этом горло колбы должно быть обязательно закреплено в захвате. Рядом со штативом надо всегда иметь *подъемные столики* (рис. 5 а, б), а иногда и многосторонние держатели (рис. 5 в). Столики служат для мягкой и точной установки химической посуды и электрических нагревателей на разной высоте. Верхнюю платформу подъемного столика (рис. 5 а) перемещают, вращая ручку, связанную с супортом и шарнирными узлами.

В *многостороннем держателе* (рис. 5 в) могут быть закреплены небольшие сосуды, бюретки, термометры, электроды и трубки. Держатель позволяет перемещать закрепленный предмет как по вертикали, так и по горизонтали.

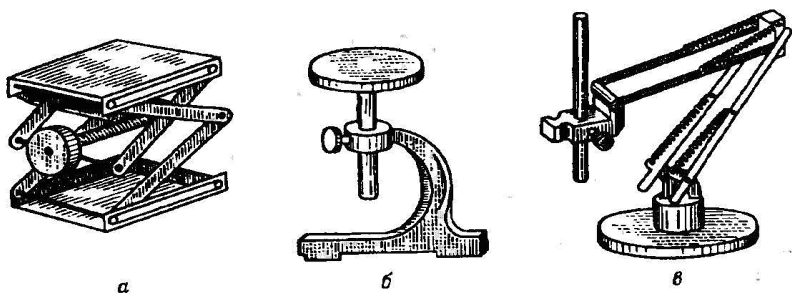


Рис. 5. Подъемный (а) и предметный (б) столики и многосторонний держатель

При нагревании стеклянной химической посуды с содержимым на электрической плитке между стеклом и плиткой всегда помещают *асбестированную железную сетку* (рис. 6 а). Для увеличения равномерного нагрева сосуда на сетку устанавливают экран из асбестированной железной сетки (рис. 6 б), внутрь которого помещают нагреваемый сосуд.

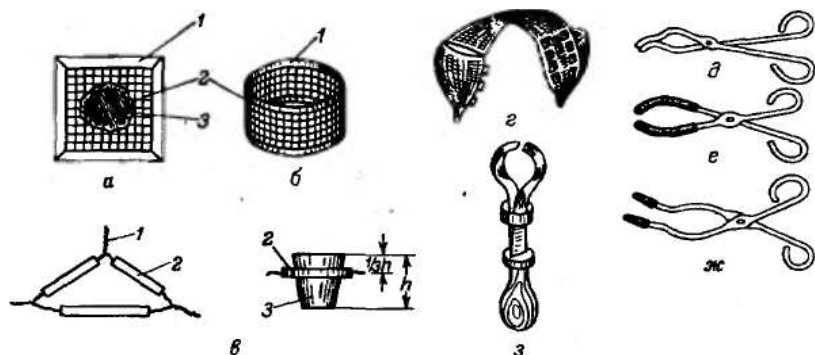


Рис. 6. Асбестированная железная сетка (а), тепловой экран (б), фарфоровый треугольник для тиглей (в), захваты (г), щипцы (д–ж) и держатель (з); а: 1 — рамка из листового железа; 2 — железная сетка; 3 — асбестовый слой; б: 1 — скрученная железная проволока; 2 — фарфоровые трубки; 3 — тигель

При прокаливании веществ в тиглях применяют *железные треугольники* с фарфоровыми трубочками (рис. 6 в). Треугольник размещают на кольце нужного размера штатива, а подбирают его для тигля так, чтобы последний выступал над фарфоровыми трубочками примерно на $\frac{1}{3}$ своей высоты.

Для переноса с места на место сильно охлажденных и нагретых стаканов, колб и другой химической посуды применяют *захваты*, надеваемые на руку и изготовленные из силиконовой резины, имеющей по бокам выступы и выдерживающей охлаждение и нагрев от -60 до $+260$ °С (рис. 6 г). Для переноса небольших предметов используют *тигельные щипцы* (рис. 6 д).

2. ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА

Химическая посуда чрезвычайно разнообразна. Надо всячески избегать проведения конкретного химического эксперимента в посуде или приборе, не предназначенном для него. Возможность осуществления синтеза вещества с максимальным выходом и требуемой чистоты во многом зависит от правильного выбора химической посуды и надежного соединения ее различных видов в лабораторной установке при помощи шлифов, затворов, трубок и других соединительных элементов.

2.1. Химические стаканы, колбы и реторты

Химические стаканы — это низкие или высокие цилиндры с носиком (рис. 7 а) или без него (рис. 7 в), плоскодонные или круглодонные (рис. 7 г). Их изготавливают из разных сортов стекла и фарфора, а также полимерных материалов. Они бывают тонкостенными и толстостенными, мерными (см. рис. 7 а) и простыми. Стаканы из фторопласта-4 (рис. 7 б) применяют в работах с сильно агрессивными веществами, а полиэтиленовые или полипропиленовые — для экспериментов с участием фтороводородной кислоты. Если требуется поддерживать определенную температуру во время реакции или при фильтровании осадка, то применяют стаканы с термостатирующей рубашкой (рис. 7 д). Синтезы веществ с массой до 1 кг проводят в стаканах-реакторах с пришлифованной крышкой, имеющей несколько тубусов для введения в стакан оси мешалки, труб холодильника и делительной воронки и других приспособлений. В таких сосудах (рис. 7 е) можно поддерживать вакуум или небольшое избыточное давление.

Промывание осадков при помощи декантации удобно проводить с использованием стаканов с боковым углублением (рис. 7 ж). Из такого стакана, наклоненного в сторону бокового углубления, сливается только жидкость, а осадок собирается под углублением, не позволяющим вымываться частицам осадка последней порцией жидкости.

Толстостенные стаканы без носика из стекла марки «пирекс» (см. рис. 7 в) с отшлифованной верхней кромкой применяют в де-

монстрационных опытах, для паровой или горяче-воздушной стерилизации изделий, монтажа гальванических элементов («батарейные стаканы»). Стакан с круглым дном (см. рис. 7 з) с пришлифованной верхней кромкой может выполнять функции колокола.

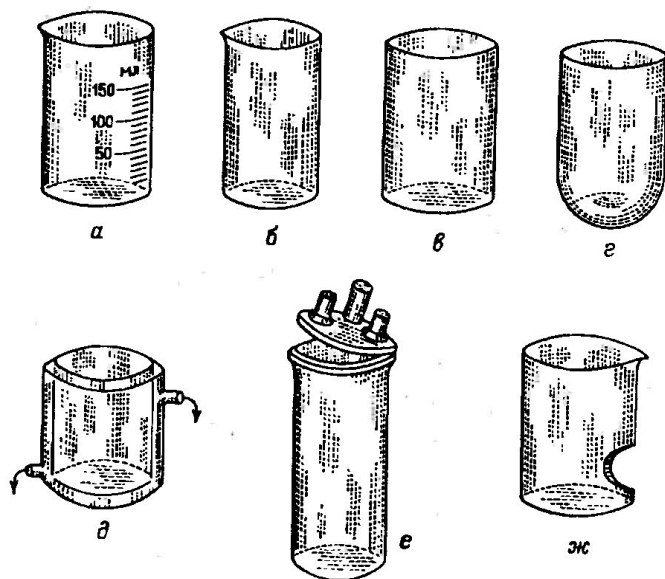


Рис. 7. Химические стаканы: мерный с носиком (а), фторопластовый (б), с отшлифованной верхней кромкой (в), толстостенный (г), с термостатирующей рубашкой (д), стакан-реактор с пришлифованной крышкой (е) и стакан для промывки осадков декантацией (ж)

Нагревать химические стаканы на открытом огне газовой горелки нельзя из-за возможного их растрескивания. Следует обязательно под стакан подкладывать асбестированную сетку или применять для нагрева жидкостные бани, электрические плитки с керамическим верхом.

Колбы бывают круглодонными, плоскодонными, коническими, остродонными, грушевидными, с различным числом горловин и отростков, со шлифами и без шлифов, с термостатируемой рубашкой и нижним спуском и других конструкций. Вмести-

мость колб может колебаться от 10 мл до 10 л, а термостойкость достигать 800–1000 °С.

Колбы предназначены для проведения препаративных и аналитических работ.

Различные виды круглодонных колб приведены на рис. 8. В зависимости от сложности колбы могут иметь от одной до четырех горловин для оборудования их мешалками, холодильниками, дозаторами, кранами для соединения с вакуумной системой или для подачи газа и т. п.

Грушевидные колбы (рис. 8 з) необходимы тогда, когда при перегонке жидкости пар не должен перегреваться в конце процесса. Обогреваемая поверхность такой колбы не уменьшается при понижении зеркала жидкости.

Колба Кьельдаля (рис. 8 д) имеет длинное горло и грушевидную нижнюю часть. Ее применяют для определения азота и изготавливают из стекла марки «пирекс».

Колбы Вальтера (рис. 8 е) и *Келлера* (рис. 8 ж) имеют широкое горло для введения внутрь сосудов различных приспособлений через резиновую пробку или без нее.

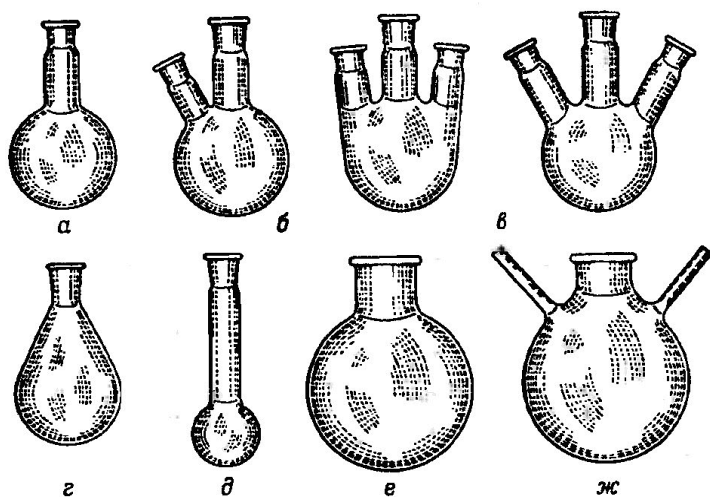


Рис. 8. Круглодонные колбы: одно- (а), двух- (б) и трехгорлые (в), грушевидные (г), Кьельдаля (д), Вальтера (е) и Келлера (ж)

Различные виды **плоскодонных колб** изображены на рис. 9. Они, как и круглодонные, могут иметь несколько горловин и термостатирующие рубашки (рис. 9 з, д). Достоинство таких колб — устойчивое положение на лабораторном столе.

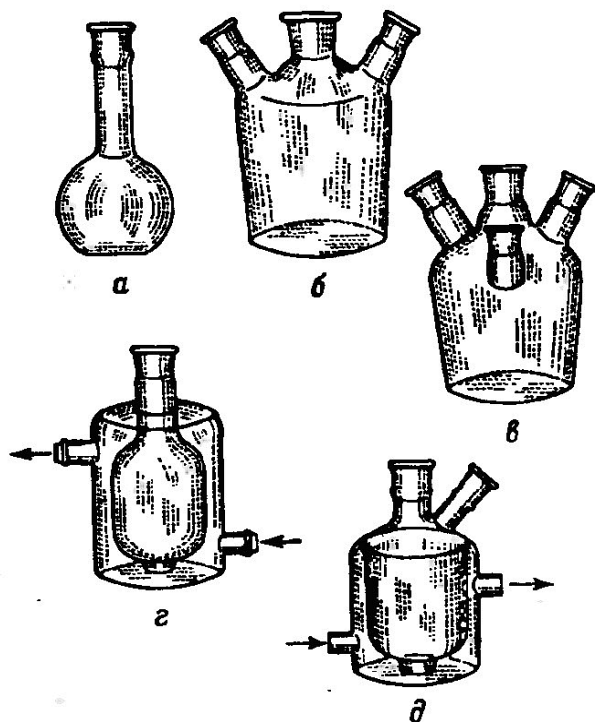


Рис. 9. Плоскодонные колбы: одно- (а), трех- (б) и четырехгорлые (в), с термостатирующими рубашками (з, д)

Узкодонные колбы (рис. 10) могут иметь от одного до трех горл. Их применяют в тех случаях, когда при перегонке жидкости необходимо оставить небольшой ее объем или удалить из раствора жидкую фазу полностью, сконцентрировав сухой остаток в узкой части колбы.

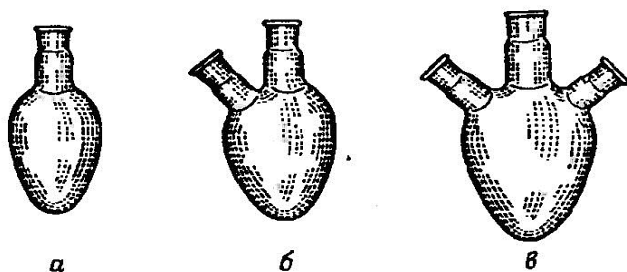


Рис. 10. Узкодонные колбы: одно- (а), двух- (б) и трехгорлые (в)

Обычные **конические колбы** (рис. 11 а) носят название *колб Эрленмейера*. Они имеют, как правило, плоское дно, но горло их может снабжаться пришлифованной пробкой (рис. 11 б) и даже иметь сферический шлиф (рис. 11 г), позволяющий поворачивать под нужным углом вставляемые в колбу трубки самого различного назначения.

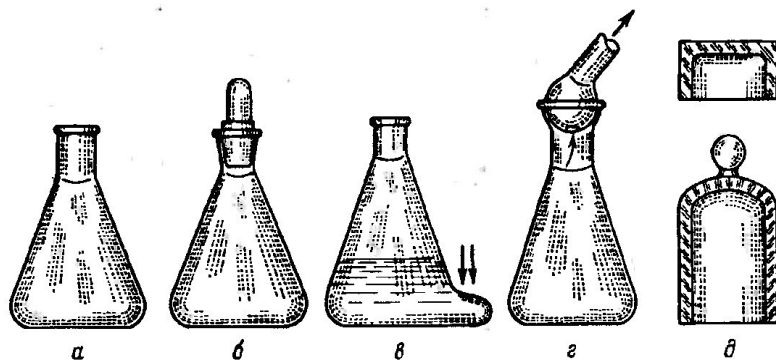


Рис. 11. Конические колбы: Эрленмейера (а), с притертой пробкой (б), Фрея (в) и с шаровым шлифом (г). Крышка для конических колб (д)

Колбы, не имеющие пришлифованного горла, закрывают колпачками (рис. 11 д), дающими возможность вращать колбу для перемешивания ее содержимого без опасности разбрызгивания. Основная область применения колб Эрленмейера — титрометрические методы анализа.

Если анализируемая жидкость сильно окрашена и трудно установить точку эквивалентности, то в объемном анализе применяют *колбы Фрея* (рис. 11 в) с придонным выступом, позволяющим точнее определить момент изменения окраски раствора в более тонком слое жидкости.

Толстостенные конические колбы с боковым тубусом получили название **колб Бунзена** (рис. 12). Эти колбы предназначены для фильтрования под вакуумом. Толщина стенок колб составляет 3,0–8,0 мм, что позволяет выдерживать предельное остаточное давление не более 10 торр или 1400 Па. Вместимость колб колеблется от 100 мл до 5,0 л. Во время фильтрования колбы следует закрывать полотенцем или мелкой капроновой или металлической сеткой во избежание их разрыва, который обычно сопровождается разлетом осколков стекла. Поэтому перед работой колбу Бунзена надо внимательно осмотреть. Если в стекле будут обнаружены пузырьки или царапины на поверхности, то она для фильтрования под вакуумом непригодна.

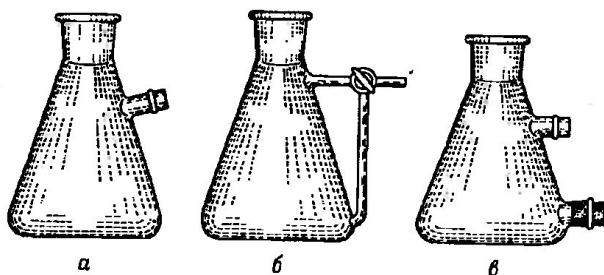


Рис. 12. Колбы Бунзена: обычная (а), с трехходовым краном (б) и с нижним тубусом (в)

При фильтровании больших количеств жидкости применяют *колбы с нижним тубусом* (рис. 12 в) для слива фильтрата. В этом случае перед сливом отключают водоструйный насос и в колбу впускают воздух. Для удаления фильтрата без отключения вакуума используют *колбы Бунзена с трехходовым краном* (рис. 12 б).

Для **перегонки жидкостей** применяют весьма разнообразные по конструкции колбы. Наиболее простыми из них являются

ся колбы Вюрца — круглодонные колбы с боковым отростком (рис. 13 а), к которому присоединяют холодильник. Для работы с жидкостями с высокой температурой кипения отросток должен быть расположен ближе к шарообразной части колбы. Легкокипящие жидкости перегоняют в колбах Вюрца с отростком, расположенным ближе к открытому концу горла. В этом случае в дистиллят попадает меньше брызг жидкости.

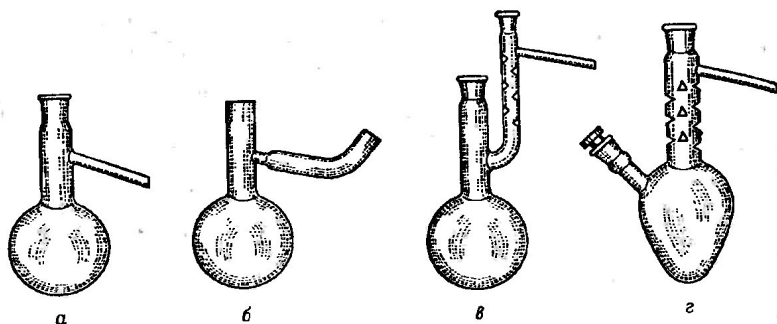


Рис. 13. Колбы для перегонки жидкостей: Вюрца (а), с саблеобразным отростком (б), Вигре (в) и Фаворского (г)

Узкогорлая колба с внутренним диаметром горла 16 ± 1 мм, вместимостью 100 мл и высотой горла 150 мм с боковым отростком, как у колбы Вюрца, но расположенным почти по центру горла колбы, получила название колбы Энглера. Ее применяют для перегонки нефти с целью определения выхода нефтяных фракций.

Колбы с саблеобразным отростком (рис. 13 б) применяют для перегонки или сублимации легко застывающих и легко конденсирующихся веществ. Саблеобразная трубка служит одновременно воздушным холодильником и приемником конденсата или десублимата.

Колба Вигре (рис. 13 в) имеет отросток-дефлегматор, позволяющий частично сконденсировать пар жидкости, имеющей более высокую температуру кипения, чем остальные компоненты перегоняемого вещества, и тем самым обогатить пар низкокипящим компонентом. Такая колба облегчает разделение перегоняемой жидкости на фракции.

У колбы Фаворского (рис. 13 з) горло превращено в дефлегматор елочного типа, имеющий по окружности конусные углубления под углом 30° к оси горла. Углубления расположены по окружности горла в шахматном порядке, и при просмотре в торец горла просвета не видно. Колбу также применяют для фракционированной перегонки жидкостей.

Колба Клайзена (рис. 14 а) имеет две горловины, одна из них снабжена отростком для присоединения холодильника. В горловину с отростком помещают термометр, а в осевую горловину вставляют длинный капилляр, оттянутый конец которого должен быть погружен в перегоняемую жидкость почти до дна колбы. Капилляр необходим для введения воздуха во время вакуумной перегонки, чтобы смягчить толчки и удары кипящей жидкости.

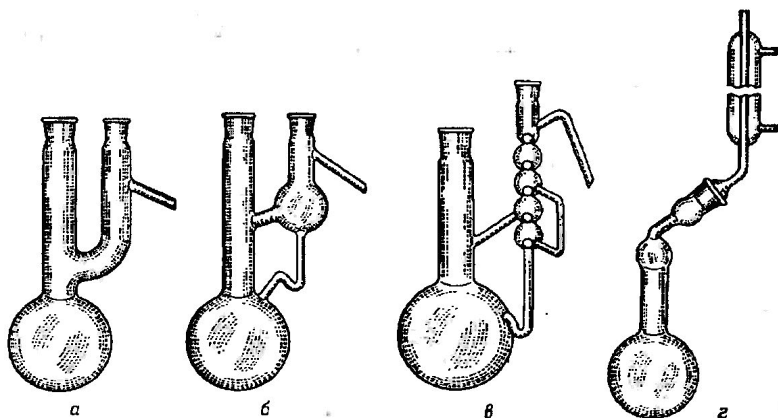


Рис. 14. Колбы для перегонки жидкостей:
Клайзена (а), Арбузова (б, в) и Стоута и Шуэтта (г)

Колба Арбузова (рис. 14 б, в) — это усовершенствованная колба Клайзена. Такая колба сводит к минимуму возможность попадания жидкости из колбы в холодильник и приемник, т. к. оба горла колбы соединены между собой и в случае внезапного вскипания жидкость выбрасывается в шарообразную часть правого горла (см. рис. 14 б) и стекает обратно в колбу. В колбе типа «в» правое горло превращено в шариковый дефлегматор. Находящиеся на дне каждого шарика стеклянные бусинки перекрывают

отверстия и увеличивают контакт пара со стекающим конденсатом (флегмой) за счет необходимости пробулькивания пара через флегму. При этом пар обогащается более летучим компонентом, а флегма — менее летучим.

Если необходимо осуществить быстрый переход от кипячения раствора с обратным холодильником к перегонке, то применяют колбу Стоута и Шуэтта (рис. 14 з) с вращающимся в шлифе холодильником.

Реторты (рис. 15 а) — старая алхимическая посуда, применявшаяся в средние века для получения серной и азотной кислот. Вместимость реторт обычно составляет 2–3 л. Сейчас реторты применяют для перегонки жидкостей с высокой температурой кипения, легко конденсирующихся уже при воздушном охлаждении. Реторты снабжают специальными приемниками конденсата (рис. 15 б). Верхний тубус с пробкой у реторт служит для их загрузки, введения термометра или для дозирования жидкостей в процессе перегонки. Его используют и для очистки реторт.

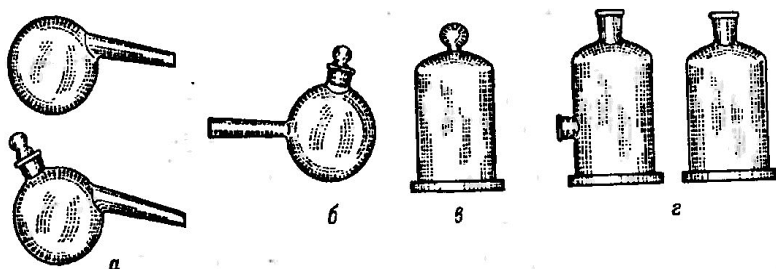


Рис. 15. Реторты (а) и приемник дистилята (б), колпаки (в) и колокола (г)

2.2. Колокола, колпаки, склянки и пробирки

Колокола (рис. 15 в) — сосуды с толстыми стенками (3,0–6,0 мм) и пришлифованной нижней частью, снабженной фланцем. Шлиф притирают к толстому плоскому стеклу и смазывают для герметичности. Применяют колокола для демонстрационных опытов в больших аудиториях, когда возможно выделение вредных веществ в виде аэрозоля. Экспериментаторы используют колокола для контрольных опытов с легко возгорающимися веществами.

Колпаки (рис. 15 *з*) выпускают двух видов: с одним или двумя тубусами. Они, как и колокола, имеют толстые стенки и пришлифованную нижнюю часть без дна. Тубусы у колпаков нужны для создания в них вакуума, введения реагентов, удаления продуктов реакции. Колпаки позволяют проводить визуально наблюдаемые реакции с небольшими порциями веществ в случае подозрения на их способность к воспламенению, взрыву и выделению ядовитых газов.

Склянки — сосуды разнообразного назначения: от сосудов для хранения твердых и жидких веществ (рис. 16) до сосудов, применяемых для получения и очистки газов.

В полиэтиленовых и полипропиленовых сосудах (рис. 16 *б*) хранят гидроксиды щелочных металлов и фтороводородную кислоту, вставляя в горло банки под пробкой-крышкой небольшой полиэтиленовый конус с фланцем, опирающимся на бортик горла (рис. 16 *в*). Такая пробка под крышкой банки улучшает ее герметизацию. В микрососудах вместимостью 1–2 мл хранят пробы перед анализом, особо ценные вещества (порошки золота, платины, серебра, биопрепараты и под небольшим давлением (*з*), склянки с защитным пришлифованным колпаком (*д*).



Рис. 16. Сосуды для хранения веществ

Для очистки газов и в качестве предохранительных сосудов применяют склянки Дрекселя, Мюнке, Тищенко, Салюцо — Вульфа и безымянных авторов.

Склянку Дрекселя (рис. 17 *а*) наиболее часто применяют в лабораторной практике. Промывную жидкость наливают в склянку до $1/2$ ее высоты, а трубку, доходящую почти до дна склянки, присоединяют к источнику газа.

Более эффективное промывание газа достигается либо созданием перегородки внизу склянки из пористого стекла (рис. 17 б), либо приплавлением к нижнему концу центральной трубки пластинки или цилиндра из пористого стекла (рис. 17 в, г), что обеспечивает тонкое дробление пузырьков газа. Например, стеклянный фильтр № 2 разбивает поток газа в концентрированной серной кислоте до пузырьков размером 1,0–1,3 мм.

Правда, в таких склянках Дрекслея должно быть создано значительно более высокое дополнительное давление проходящего газа или образован вакуум в конце системы. Дефект стеклянных пористых пластинок — загрязнение проходящего газа мелкодисперсной жидкой фазой (туманом), захваченной мелкими пузырьками из промывной жидкости.

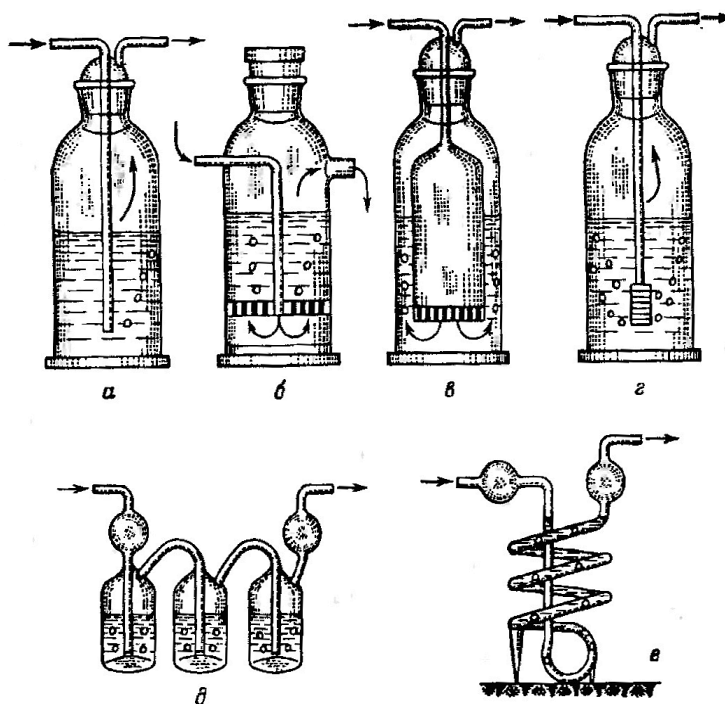


Рис. 17. Склянки Дрекслея: обычная (а), с пористым стеклянным диском (б), с широкой трубкой (в) и стеклянным фильтром (г). Кали-аппараты Гейслера и Винклера (е)

Для облегчения фильтрации газа через пористую стеклянную перегородку ее делают широкой (рис. 17 б, в).

К поглотительным склянкам относят и *кали-аппараты Гейслера* (рис. 17 д) и *Винклера* (рис. 17 е), применяемые в элементном количественном анализе органических соединений для определения содержания CO_2 в продуктах сжигания пробы. В такие сосуды для поглощения CO_2 наливают водный раствор KOH , отсюда их название. Кали-аппараты до и после поглощения CO_2 взвешивают. Поэтому их размеры должны позволять размещать сосуды на чашке аналитических весов.

Пробирки — наиболее простая химическая посуда для проведения качественных препаративных работ (рис. 18).

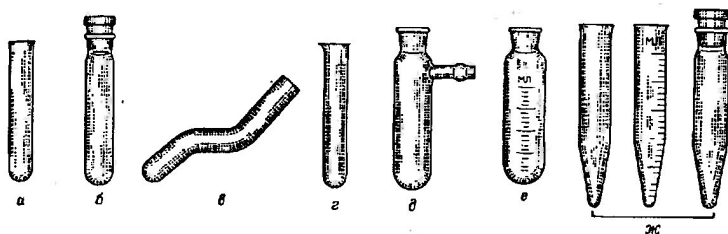


Рис. 18. Пробирки:
простые (а), с пришлифованной пробкой (б), изогнутые (в),
с носиком (г), для вакуумного фильтрования (д),
градуированные (е), центрифужные (ж)

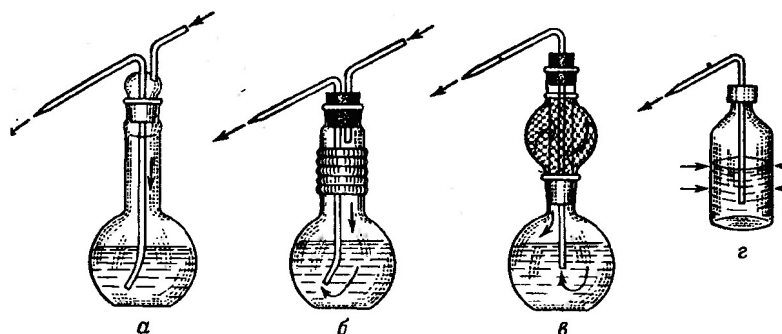
Если пробирку с содержимым нужно нагреть, её зажимают в держателе. При нагревании открытый конец пробирки должен быть обращен в сторону от работающего и его соседей по столу или вытяжному шкафу. Нагревать пробирку следует осторожно — только конец, заполненный жидкостью, пламя газовой горелки не должно касаться той части стенки пробирки, около которой находится поверхность жидкости. При появлении первых признаков закипания её следует вынести из зоны нагрева и через 3–5 с снова нагреть, повторяя эту операцию до получения нужного эффекта. В противном случае в результате внезапного вскипания содержимое пробирки может быть выброшено, а сама пробирка — лопнуть.

Для разложения твердых веществ, состав и свойства которых малоизвестны, применяют изогнутые пробирки (рис. 18 в). При выделении жидкости или возгонке в средней части такой пробирки, если ее держать наклонно, как показано на рисунке, появляется либо конденсат, либо десублимат.

Пробирки для центрифугирования имеют, как правило, коническое дно (рис. 18 ж). Механическая прочность таких пробирок особенно важна, и перед размещением их в центрифуге следует пробирки внимательно осмотреть. На их поверхности не должно быть царапин, пятен, воздушных волосков и т. п.

2.3. Промывалки, эксикаторы и сосуды Дьюара

Промывалки — это сосуды, позволяющие направить тонкую струю жидкости на осадок для его промывки на фильтре или для его смывания со стенок стакана или фильтра (рис. 19).



*Рис. 19. Промывалки:
стеклянная со шлифом (а), с резиновой пробкой
и термоизоляцией горла (б), с резиновой грушей (в)
и полиэтиленовая (г)*

При использовании промывалок типов *а* и *б* в короткую трубку тем или иным способом вдувают чистый воздух для создания избыточного давления в сосуде, при этом из суженного конца длинной центральной трубки выбрасывается струя жидкости. Обычно на короткую трубку для вдувания воздуха надевают резиновую грушу или резиновую трубку, по кото-

рой поступает чистый воздух. Применяют и резиновую грушу со специальным клапаном, одетую прямо на горло колбы с небольшим отверстием (рис. 19 в).

Широкое распространение получили промывалки из полимерных материалов (рис. 19 з). Сжимая рукой эластичный баллон такой промывалки, можно получить струю жидкости нужной силы.

Эксикаторы — толстостенные стеклянные или из полимерных материалов сосуды с пришлифованной крышкой для высушивания и хранения веществ, легко поглощающих влагу из воздуха.

Все эксикаторы имеют перфорированный фарфоровый диск 3, покрытый с одной стороны глазурью. На диске размещаются сосуды б с высушиваемыми веществами (рис. 20 а, б). Эксикаторы подразделяют на эксикаторы Шейблера (рис. 20 а) и вакуум-эксикаторы (рис. 20 б).

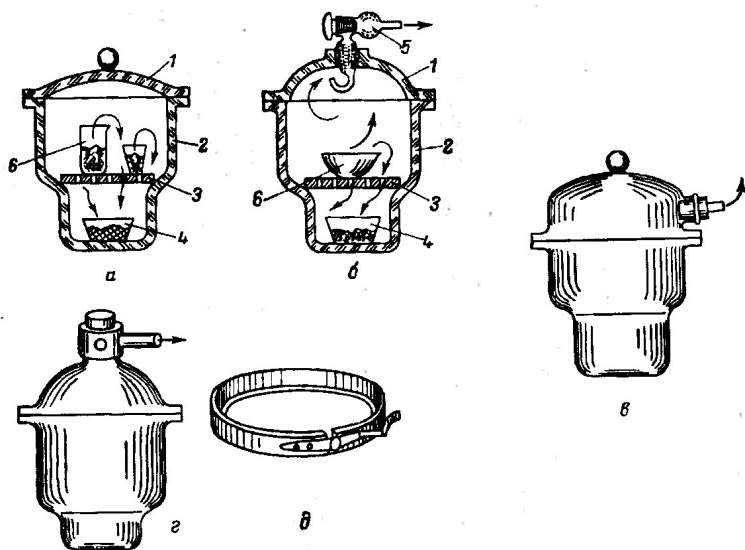


Рис. 20. Эксикатор Шейблера (а),
стеклянный вакуум-эксикатор (б), эксикаторы из полиэтилена (в)
и с уплотняющим резиновым кольцом (г). Стальное запорное
приспособление (д): 1 — крышка; 2 — корпус;
3 — перфорированный фарфоровый круг; 4 — осушитель;
5 — вакуумный кран; б — высушиваемое вещество

Осушитель 4 вносят в эксикатор в чашках, а не насыпают его на дно. Осушитель следует менять не реже одного раза в месяц. Если в эксикатор ставят горячие чашки или тигли, то крышку необходимо в течение 5–15 с немного сдвигать вправо-влево, прижимая ее к корпусу, тогда нагретый воздух сможет выйти из эксикатора. Иначе крышка может приподняться, соскользнуть и разбиться. После двух-трех движений крышки ее окончательно притирают. При остывании воздуха внутри эксикатора создается небольшой вакуум, и крышка держится очень плотно.

Вакуум-эксикаторы (рис. 20 б — з) позволяют быстрее и полнее удалять влагу из высушиваемого вещества. В них, как правило, выдерживается в течение суток предельное остаточное давление не более 50 торр (6,7 кПа). При хорошем шлифе и правильно выбранной смазке давление в вакуум-эксикаторе может оставаться в течение суток при периодическом (два-три раза) включении водоструйного насоса на уровне 15–20 торр (не выше 3 кПа).

Чтобы снять крышку вакуум-эксикатора, сначала надо впустить в него воздух, осторожно приоткрывая кран 5, иначе струя врывающегося воздуха может разбросать высушенное вещество. После этого крышку снимают так же, как и в эксикаторе Шейблера.

Вакуум-эксикатор, изготовленный из полимерных материалов (рис. 20 в, з), имеет полипропиленовый корпус и прозрачную высокую крышку из поликарбоната с двумя тубусами в верхней или боковой части крышки, которая, как и у стеклянных эксикаторов, пришлифована.

Сосуды Дьюара (рис. 21 а, б) и **Вейнгольда** (рис. 21 в) — это двухстенные и многостенные сосуды с вакуумированным пространством между стенками. Их применяют для хранения жидких газов. Чтобы защитить сосуды от теплоизлучения, их внутренние стенки посеребрены или покрыты медью. В сосудах Дьюара и Вейнгольда теплообмен осуществляется практически за счет лучеиспускания и теплопроводности вдоль стенок. Для уменьшения степени испаряемости жидкого газа сосуды делают трехстенными (см. рис. 21 б) и многостенными. Их изготавливают из термостойкого стекла или из металла.

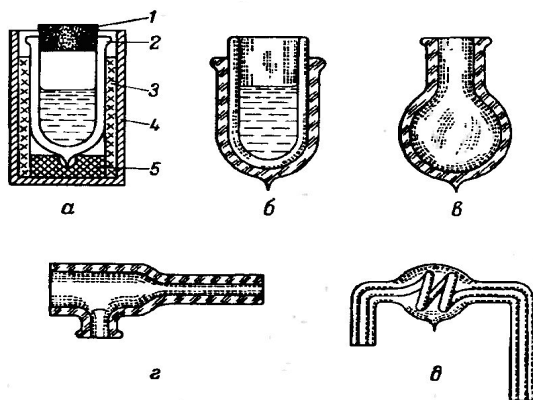


Рис. 21. Сосуды Дьюара (а, б), Вейнгольда (в), трубки (г) и сифон Дьюара (д): 1— пробка; 2 — сосуд Дьюара; 3 — теплоизоляция; 4 — корпус; 5 — пенопластовая опора

Стеклянные сосуды Дьюара устанавливают в пластмассовом корпусе 4 (см. рис. 21 а), между стенками сосуда и корпуса размещают гофрированный картон 3 (поролон, войлок или пробковую крошку), а нижнюю часть сосуда опирают на пенопластовую или резиновую пробку 5 с небольшим отверстием по центру.

Перед заполнением жидким газом сосуды Дьюара должны быть совершенно сухими, иначе возможен взрыв сосуда. Сначала в них наливают небольшое количество жидкого газа и ждут, когда движение жидкости на дне сосуда прекратится. Затем легкими кругообразными движениями сосуда охлаждают все его внутренние стенки. Только после этого осторожно проводят дальнейшее наполнение сосуда.

Для переливания жидких газов на небольшие расстояния применяют трубки Дьюара (рис. 21 г). Переливают жидкий газ из одного сосуда в другой при помощи сифона. Однако при использовании обычных сифонов теряется много газа, а сифон во время переливания снаружи покрывается толстым хлопьевидным слоем снега. Поэтому для переливания жидких газов применяют сифоны Дьюара (рис. 21 д). Такой сифон представляет собой двухстенную вакуумированную и посеребренную изнутри труб-

ку. Так как внутренняя трубка охлаждается, а наружная остается теплой, для снятия напряжений из-за сжатия внутренней трубки в горизонтальной части сифона делают расширение, в котором внутреннюю трубку выполняют в виде спирали.

2.4. Краны, зажимы и каплеуловители

Краны. Простые пробковые краны одноходовые и многоходовые приведены на рис. 22. Краны такого типа могут быть стеклянными (рис. 22 а — в) и с фторопластовой пробкой (рис. 22 г). Чтобы знать направление отверстия в пробке крана, на его ручке делают шлиц либо один конец ручки сужают в виде указателя. Отверстие в пробке крана не должно быть больше отверстия в припаянных трубках, иначе в теле пробки образуется внутренний карман, где скапливается смазка и грязь, увеличивающие возможность протекания крана.

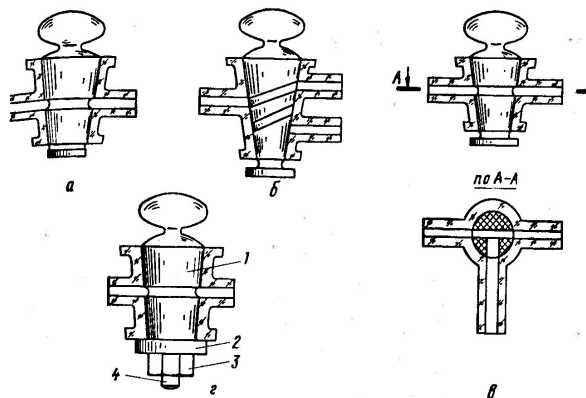


Рис. 22. Пробковые краны: стеклянные одно- (а), двух- (б), трехходовые (в) и с фторопластовой пробкой (г):

1 — пробка из фторопласта; 2 — шайба;

3 — гайка из фторопласта; 4 — нарезной конец пробки

Пробковые стеклянные краны требуют тщательного смазывания пришлифованных поверхностей. Перед смазыванием очищают от поверхностных загрязнений муфту (втулку) и пробку (кёрн), после чего их нагревают до температуры 30–40 °С. Смазку наносят

на пробку деревянной или стеклянной палочкой тонкими кольцами по окружности средин верхней и нижней половин пробки. Оба кольца смазки соединяют тонкой полоской смазки в месте, наиболее удаленном от каналов пробки. Затем пробку вставляют в слегка нагретую муфту так, чтобы кран был открытым. После этого с нажимом немного поворачивают пробку то в одну, то в другую сторону, не закрывая крана. Лишь после того, как смазка равномерно распределится между пришлифованными поверхностями, не оставляя ни одного пузырька воздуха, пробку можно повернуть кругом. В этом случае кран будет полностью смазан.

В готовом к употреблению кране пробку привязывают прочной ниткой к муфте крана, чтобы она не потерялась во время хранения. Пробки от других кранов применять не рекомендуется, хотя на первый взгляд они могут и подходить. Новые пробки надо заново притирать к муфте.

Краны со стеклянной муфтой и фторопластовой пробкой (рис. 22 *г*) применяют при работе с агрессивными веществами, когда недопустимо использование смазки. Такой кран закрывается без заедания и рывков, поскольку фторопласт имеет очень низкий коэффициент трения.

Зажимы применяют для регулирования потоков газа и жидкости по шлангам и для закрепления шлифов. Зажимы для шлангов приведены на рис. 23. Традиционными являются зажимы Гофмана и Мора (рис. 23 *а, б*). Для использования винтового зажима Гофмана шланг 2 помещают между средней подвижной планкой и нижней, которую затем защелкивают за стойку. После этого винтом опускают среднюю планку до необходимого сжатия шланга. Зажим Гофмана удобен тем, что его можно надеть на шланг уже собранного прибора, при этом нет необходимости оставлять свободным один из концов шланга. При работе с пружинным зажимом Мора конец шланга необходимо оставлять свободным. Зажим Мора снабжают иногда крючком (см. рис. 23 *б*) для закрепления зажима в раскрытом состоянии. Этот зажим устанавливают на резиновых шлангах бюреток, бутылей с чистой водой, когда у экспериментатора свободна одна рука и простое сжатие зажима позволит получить нужный поток жидкости.

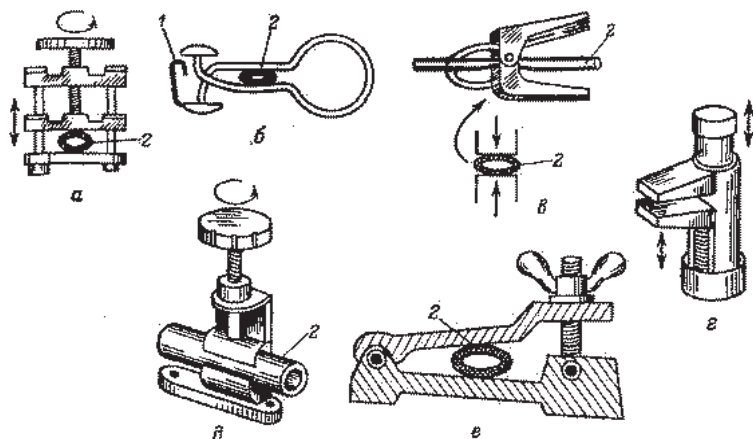


Рис. 23. Зажимы для шлангов: Гофмана (а); Мора (б); пружинные (в, г) и стационарные винтовые (д, е):
1 — крючок; 2 — резиновый шланг

Пружинные зажимы другой конструкции представлены на рис. 23 в, г. Стационарные винтовые зажимы (рис. 23 д, е), укрепляемые на лабораторном столе или стенде, применяют для более точной регулировки потоков газа или жидкости.

Каплеуловитель — простое приспособление, понижающее унос с газом, проходящим через жидкость, или с паром кипящей жидкости, мелкодисперсной жидкой фазы.

Насадку Кьельдаля (рис. 24 а) применяют при простой перегонке жидкостей. Её вставляют нижним концом в пробку, закрывающую горло сосуда с кипящей жидкостью, а изогнутый конец присоединяют к холодильнику. Каплеуловители типа б (рис. 24) имеют шлифованные поверхности муфт и керн, через которые они соединяются с перегонной колбой и холодильником.

От уноса брызг вспенивающейся при кипении жидкости хорошо защищает *каплеуловитель Райтмайера* (рис. 24 в) и каплеуловитель с насадкой (рис. 24 г). В качестве насадки применяют небольшие обрезки стеклянных трубочек и кольца Рашига, представляющие собой пустотелые фарфоровые или стеклянные цилиндрики, высота которых равна диаметру.

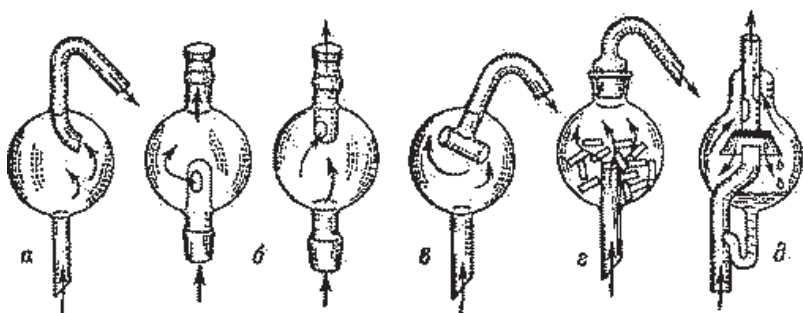


Рис. 24. Каплеуловители: насадка Къельдаля (а), фирмы «Aldrich» (США) (б), Райтмайера (в), насадочный (г), зонтичный с сифоном (д)

2.5. Сифоны, переходные трубки, алонжи, шлифы, стеклянные трубки и капилляры

Сифоны служат для переливания жидкости из одного сосуда в другой, когда обычное перемещение вещества по тем или иным причинам невозможно.

В сифоне Вейнгольда (рис. 25 а) переливаемая жидкость приводится в движение при помощи сжатого воздуха, подаваемого через кран в сливную трубку 3, действующую как инжектор. После того как сифон заполнен, сжатый воздух отключают. В сифоне типа «монополь» (рис. 25 б) жидкость всасывается по левому колену из сосуда резиновой грушей 4 и передается в сливную трубку с краном. Заполненный сифон используют по мере необходимости.

Чтобы заполнить сифон Митчерлиха (рис. 25 в), на конец трубки надевают резиновый шланг и присоединяют его к водоструйному насосу, конец трубки 2 опускают в переливаемую жидкость. Когда под действием вакуума жидкость достигнет 1/2 высоты средней трубки, на трубке 3 открывают кран и тотчас же отсоединяют трубку от водоструйного насоса, не останавливая его работы. После того как жидкость потекла по сифону, трубку 2 погружают в сосуд до нужного уровня. Аналогично заряжают сифон при декантации раствора с осадка (рис. 25 г). В сифоне с воронкой (рис. 25 д) трубку 2 погружают в сосуд с переливаемой жидкостью при закрытом кране сливной трубки 3

и заполняют сифон переливаемой жидкостью через воронку 5. После заполнения сифона кран открывают и переливают нужное количество жидкости. Перед открытием крана нижнюю часть воронки закрывают резиновой пробкой б или, вынув воронку, этой пробкой закрывают трубку.

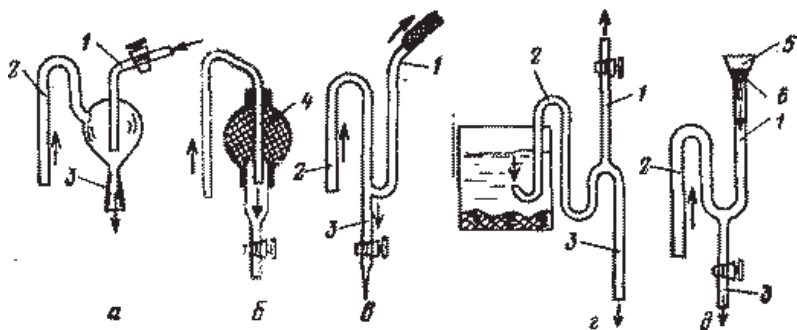


Рис. 25. Сифоны: Вейнгольда (а), «монополия» (б), Митчерлиха (в), декантирующий (г): 1, 2, 3 — трубки; 4 — резиновая груша; 5 — воронка; 6 — пробка

Сифоны изготавливают из стекла и полимерных материалов (полиэтилен, полипропилен, фторопласт и др.).

Переходными трубками, или адаптерами, называют трубки со шлифами для соединения различной химической посуды при сборе той или иной установки. Трубки с боковым наклонным отростком (рис. 26 а, б) получили название насадок Клайзена. Их используют в тех случаях, когда нет колб Клайзена.

В трубку (рис. 26 а) вставляют термометр для контроля температуры пара, трубку 2 присоединяют к холодильнику, а саму насадку закрепляют при помощи шлифа в горловине круглодонной колбы. Насадка типа б нужна для вакуумной перегонки: в трубку вставляют капилляр, обеспечивающий спокойное кипение жидкости.

Если у исследователя нет двухгорлых колб, а есть только одногорлые, применяют переходник типа в (рис. 26). Трубка служит для закрепления обратного холодильника, а трубка 2 — для установки делительной воронки. Когда для синтеза вещества нужна мешалка, ее ось пропускают через трубку, а обратный холодильник или другую деталь закрепляют в трубке 2.

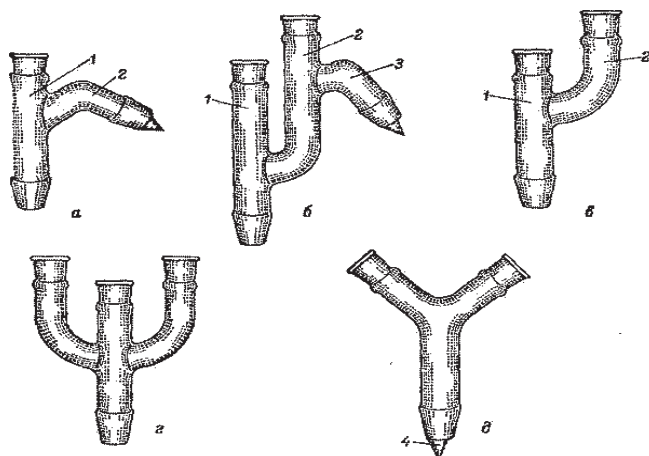


Рис. 26. Насадки: Клайзена (а, б),
с двумя (в) и с тремя (г) горловинами, звездообразная (д):
1, 2, 3 — трубки; 4 — конус

Трехгорлые колбы вполне может заменить обычная одногорлая с насадкой типа *г*. Звездообразную переходную трубку (рис. 26, д) используют для одновременного введения в реакционную колбу двух жидких реагентов в разных соотношениях.

К переходным трубкам принадлежат также и алонжи разной формы.

Алонжи — изогнутые стеклянные трубки, по которым конденсат попадает из холодильника в приемник (рис. 27). Простой алонж (рис. 27), как и все другие, присоединяют к концу холодильника *б*, называемому *форштосом*, посредством муфты *1*.

Форштос должен входить в алонж на 2–3 см. Если перегонку требуется проводить под вакуумом с одним приемником дистиллята, то применяют алонж типа *б*. Боковой отросток такого алонжа присоединяют к водоструйному насосу или вакуумной системе, а на керн *3* надевают приемник.

При фракционированной вакуумной перегонке к алонжу присоединяют распределитель конденсата («паук») *4*, на концы которого надевают пронумерованные приемники *5*. Количество отростков «паука» может колебаться от двух до пяти и боль-

ше в зависимости от числа отбираемых фракций (рис. 27, в, г). «Паук» должен свободно вращаться на шлифе алонжа без потери степени разряжения в установке при вакуумной перегонке.

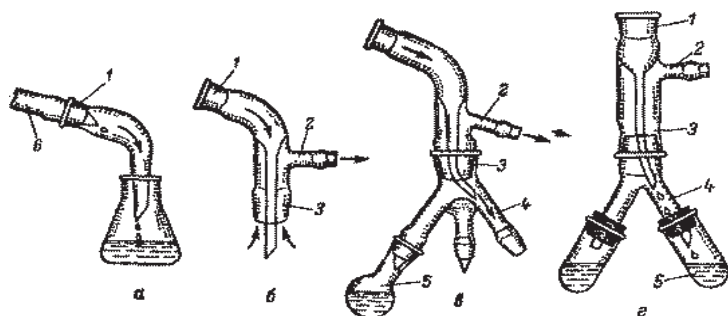


Рис. 27. Алонжи: простой (а), для вакуумной (б) и фракционной (в, г) перегонки: 1 — муфта; 2 — отросток для присоединения вакуум-насоса; 3 — керн; 4 — распределитель конденсата (паук); 5 — приемники конденсата; 6 — конец холодильника (форштос)

Шлифы. Стекло́нные шлифы — это плотное соединение двух стеклянных изделий с притертыми, пришлифованными поверхностями.

Различные виды шлифов приведены на рис. 28. Шлиф состоит из муфты 1 (рис. 28 а) или воронки шлифа и керна 2 (конуса шлифа). Чтобы закрепить керн и муфту, к их трубкам припаивают «усики» 3, на которые надевают резинку 4 или пружинку.

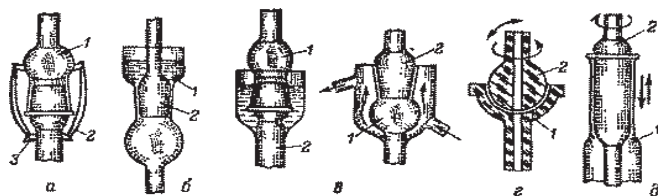


Рис. 28. Шлифы: обычные (а), заливные (б), с термостатирующей рубашкой (в), сферические (г), цилиндрические (д): 1 — муфта; 2 — керн; 3 — усики; 4 — резинка или пружинка

Заливные шлифы (рис. 28 б) применяют в тех случаях, когда по условиям эксперимента нельзя на шлиф наносить смазку. Тогда в этом качестве используют жидкость, которая находится в приборе. Шлифы могут иметь термостатирующую рубашку (рис. 28 в)

Трубки из стекла (рис. 29) находят самое широкое применение в лабораторной практике. Они всегда должны быть в лаборатории в необходимом количестве и ассортименте.

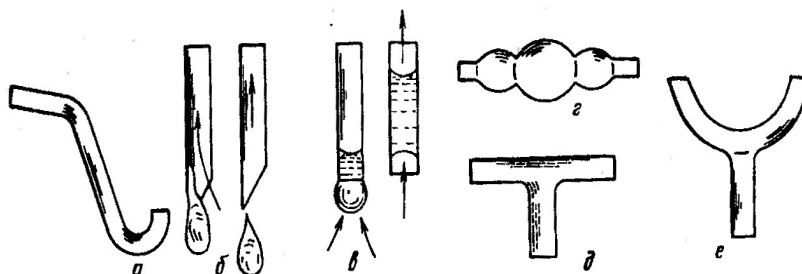


Рис. 29. Стекланные трубки:
газоотводные (а — в), для сосудов с кипящей жидкостью (б, в),
соединительные (г), тройники (д), U-образные (е)

Трубки делят на газоотводные (рис. 29 а — в) и соединительные (рис. 29 г), называемые «оливами». Трубки типов д — е могут выполнять функции как газоотводных, так и соединительных. Газоотводные трубки для сосудов, содержащих кипящую жидкость, должны иметь на внутреннем конце косой срез (рис. 29 б). В этом случае капли конденсирующейся в конце трубки жидкости не увлекаются потоком газа, а свободно стекают обратно в сосуд.

Соединительные трубки типа г применяют для соединения двух и более стеклянных трубок различного диаметра. Соединение проводят при помощи эластичных шлангов

Капилляры — тонкие стеклянные трубочки с внутренним диаметром 0,5–0,8 мм и длиной от 30 до 100 мм с одним запаянным концом. Они нужны для определения температур плавления веществ, для облегчения равномерного кипения жидкости при ее перегонке и в других операциях.

2.6. Делительные и капельные воронки, ампулы и бюксы

Делительные воронки — это удлиненные цилиндрические или грушевидные сосуды, применяемые чаще всего для разделения несмешивающихся жидкостей (рис. 30 *а — в*). Трубка у делительных воронок может быть короткой и несколько удлиненной в зависимости от условий использования, но диаметр трубки должен быть таким, чтобы жидкость в ней не задерживалась.

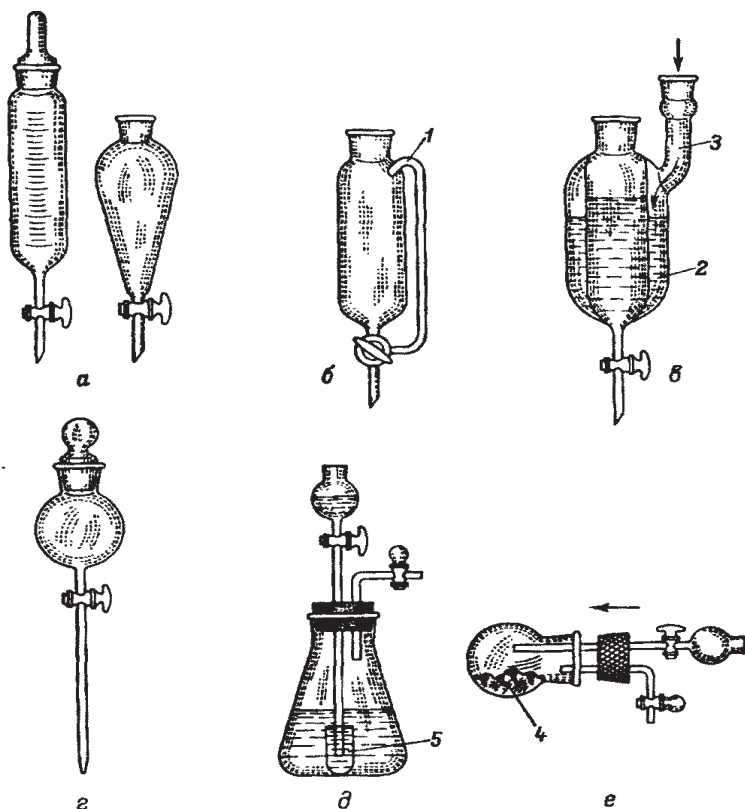


Рис. 30. Делительные (*а — в*) и капельные (*г*) воронки и способы введения капельной воронки в колбу с жидкостью (*д*) и твердым (*е*) веществом: 1 — трубка; 2 — термостатирующая рубашка; 3 — отросток с муфтой; 4 — порошок; 5 — пробирка

Большие делительные воронки укрепляют между двумя кольцами штатива. Нижнее кольцо удерживает воронку с жидкостью, оно имеет несколько меньший диаметр, чем диаметр воронки, а верхнее — больший диаметр. В зазор между верхним кольцом и воронкой вставляют кусочки резинового шланга или пробки.

Некоторые делительные воронки снабжают боковой трубкой 1 (рис. 30 б) для сброса избыточного газа из колбы после слива в нее нижней более тяжелой жидкости, когда следует изолировать ее от воздействия воздуха.

При необходимости делительные воронки могут иметь охлаждающую (рис. 30 в) или нагревающую рубашку 2. В охлаждающую рубашку через трубку 3 можно, например, поместить кашицу сухого льда и ацетона. Такие делительные воронки нужны для разделения легко летучих жидкостей.

Капельные воронки имеют длинный конец и сферическую верхнюю часть (рис. 30 г). Они служат для дозировки жидкости, вводимой в реакционный сосуд каплями или небольшими порциями. Чтобы приливать жидкость из капельной воронки в сосуд, надо сначала полностью открыть кран, не забыв вынуть верхнюю пробку, для полного заполнения длинной трубки жидкостью, а затем уже, прикрыв кран, регулировать ее поток.

Способ ввода капельной воронки в колбу с твердым веществом показан на рис. 30 е.

Капельницы — сосуды для жидкостей, расходуемых по каплям. В одних капельницах набор жидкости в пипетку осуществляется при помощи резиновых баллончиков (рис. 31 а), в других жидкость вытекает при наклонении сосудов (рис. 31 б, в), в третьих — при ослаблении нажима пальца на пипетку (рис. 31 г).



Рис. 31. Капельницы с пипетками (а, г, д)
и со сливными трубками (б, в)

Вместо резиновых баллончиков на конец пипетки можно надеть резиновую трубку длиной 4–5 см, закрытую с одного конца пробкой или обрезком стеклянной палочки (рис. 31 д).

Ампулы — запаянные сосуды из стекла для сохранения твердых веществ, жидкостей и газов (рис. 32 а). Толстостенные ампулы применяют для хранения сжиженных газов. Ампулы используют также для проведения реакций под давлением.

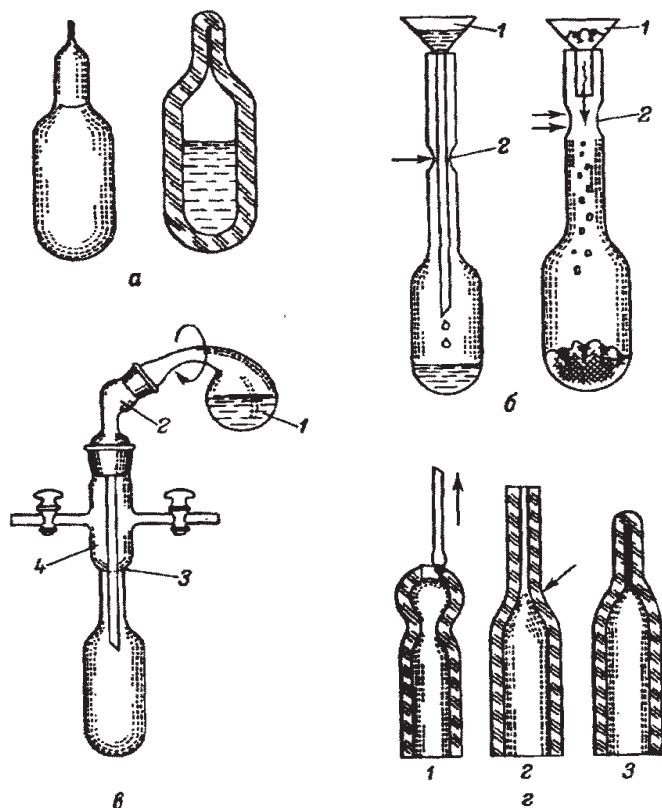


Рис. 32. Тонкостенная и толстостенная (а) ампулы, их заполнение обычным способом (б), под вакуумом или в атмосфере инертного газа (в) и запайвание ампулы (г); б: 1 — воронка, 2 — перетяжка; в: 1 — сосуд с жидкостью, 2 — переходная трубка, 3 — место припаивания, 4 — патрубок; г: 1–3 — последовательность стадий запайвания ампулы

Агрессивные жидкости, разлагающиеся на воздухе, запаивают в тонкостенные круглые стеклянные ампулы, которые выдерживают высокое давление из-за своей сферической формы. Так, ампула вместимостью 5–10 мл, наполненная жидким хлором, выдерживает нагрев до 70 °С, что соответствует давлению в 1,9 МПа.

Перед вскрытием ампулы с летучей жидкостью или сжиженным газом ее следует охладить, чтобы понизить давление пара. Небольшие ампулы полностью разбивают под жидкостью в сосуде, где их содержимое будет участвовать в реакции. Ампулу раздавливают стеклянной палочкой или фторопластовым пестиком. У больших ампул вскрывают только патрубок. Его надрезают на расстоянии 1–2 см от конца, предварительно смочив место надреза водой. Когда царапина нанесена, обтирают место надреза фильтровальной бумагой и, направив открываемый конец в сторону от работающего и не наклоня сильно ампулу, правой рукой отламывают надрез быстрым рывком в сторону, противоположную царапине. Если патрубок имеет толстые стенки, то к царапине прикасаются раскаленной железной проволокой.

Вскрытие ампулы с фиксаналом показано на рис. 32 г.

Фиксаналы — заранее приготовленные в строго определенных количествах реактивы, которые используют для получения растворов нужной концентрации. Сначала наружную поверхность ампулы с фиксаналом тщательно промывают чистой водой, а если нужно, то и соответствующими моющими средствами. После этого ампулу 7 вставляют в воронку 3 и, осторожно ударяя о боек 4, разбивают дно, затем пробивают острой стеклянной палочкой 2 боковое углубление ампулы и дают возможность содержимому вытечь. Не изменяя положения ампулы, ее промывают через верхнее пробитое отверстие из промывалки чистой водой, употребляя не менее чем шестикратный по емкости ампулы объем воды. Промытую ампулу удаляют, а в мерную колбу 5 доливают чистую воду до метки.

Сухое содержимое фиксаналов переводят в мерную колбу аналогичным образом. Когда ампула будет разбита, то легким постукиванием и осторожным встряхиванием сухое вещество высыплют в колбу, а затем ампулу промывают.

Бюксы — стеклянные сосуды с пришлифованной крышкой, применяемые для хранения и взвешивания жидких и твердых веществ в небольших количествах, образцов и проб (рис. 33).

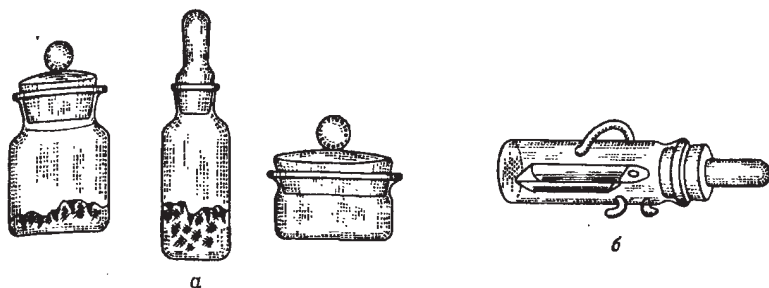


Рис. 33. Бюксы обычные (а) и типа «собачка» (б)

Пришлифованные поверхности бюксов не смазывают во избежание попадания смазки в вещество.

Если нужна высокая герметичность, то применяют бюксы с прозрачными оплавленными шлифами.

Взвешивание лодочек после сжигания или прокаливания пробы вещества производят в бюксах типа «собачка» (рис. 33 б). Применяют такие бюксы в тех случаях, когда остаток от сжигания или прокаливания может взаимодействовать с воздухом и его примесями.

2.7. Холодильники

Холодильник — это прибор для конденсации пара при помощи охлаждающей среды, чаще всего воды. Холодильники устанавливают либо наклонно, когда нужно собрать конденсат в приемнике, либо вертикально для возврата конденсата в колбу с кипящей жидкостью. В этом случае холодильник называют обратным. Если температура затвердевания конденсата выше температуры охлаждающей воды, то в холодильник подают нагретую в термостате воду, предотвращающую намерзание конденсата во внутренней трубке холодильника. На рис. 34 представлены наиболее часто используемые холодильники.

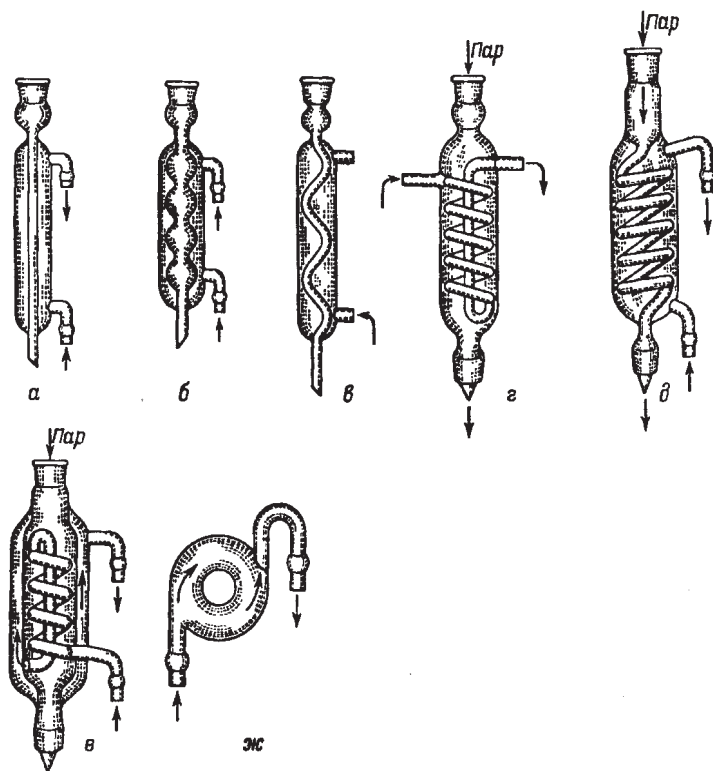


Рис. 34. Стекланные холодильники: Вейгеля — Либиха (а), Аллина (б), Веста — Грэхема (в), Димрота (д), Фридерихса (е), тангенциальный ввод воды в холодильник (ж)

Прямоточный холодильник Вейгеля — Либиха (рис. 34 а) был предложен в 1771 г. К. Вейгелем и затем использован Ю. Либихом. Этот холодильник обычно применяют для перегонки жидкостей с температурой кипения от 100 до 150 °С. Холодильник имеет охлаждающую рубашку относительно большого диаметра. Коэффициент теплообмена для холодильников Вейгеля — Либиха длиной от 300 до 1000 мм изменяется от 105 до 35 Вт/(м²·К), т. е. уменьшается с увеличением длины холодильника. Поэтому целесообразно применять вместо одного длинного холодильника два холодильника меньших размеров.

Холодильник Вейгеля — Либиха может выполнять функции и воздушного холодильника, если его расположить вертикально и пар высококипящей жидкости направить в рубашку через верхний отросток, а из нижнего отбирать конденсат. В результате разогрева в центральной трубке возникнет непрерывный вертикальный поток холодного воздуха. В этом случае наиболее эффективны холодильники с более широкой центральной трубкой и возможно меньшим диаметром окружающей её рубашки.

Шариковый холодильник Аллина (рис. 34 б) является типичным обратным холодильником. Благодаря большей поверхности охлаждения холодильники Аллина короче холодильников Вейгеля — Либиха. Через шариковый холодильник удобно вставлять ось мешалки, вводить в реактор различные вещества, хорошо смываемые в колбу конденсатом и подогреваемые им. Обычно число шариков у таких холодильников колеблется от 3 до 8. По эффективности в качестве обратного холодильника холодильник Аллина уступает холодильнику Димрота (рис. 34 з), выдерживающему значительные перепады температур. Во избежание захлебывания, когда конденсат не успевает стекать обратно в колбу с кипящей жидкостью, обратный шариковый холодильник устанавливают в наклонном положении, но наклон не должен быть слишком большим, чтобы конденсат не скапливался в шарах. Скопление конденсата приводит к уменьшению эффективной охлаждающей поверхности холодильника.

Холодильник Веста (рис. 34 в) имеет охлаждающую рубашку небольшого диаметра, близко расположенную к центральной несколько изогнутой трубке. Он более производителен, чем холодильник Вейгеля — Либиха. В одних и тех же условиях перегонки жидкости холодильник Веста имеет вдвое больший коэффициент теплообмена, чем прямоточный. Такой же эффективностью обладает спиральный холодильник Грэхема (рис. 34 д). Его используют для конденсации пара легколетучих жидкостей. Оба холодильника задерживают во внутренней трубке часть конденсата и поэтому мало пригодны для фракционной перегонки.

Холодильник Димрота (рис. 34 з) рекомендуется в качестве обратного холодильника. Он имеет наиболее высокий коэффици-

ент теплообмена, достигающий $120 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$. Его не используют для фракционной перегонки жидких смесей из-за большого газового объема и способности задерживать в наклонном положении много конденсата.

Холодильник Фридерихса (рис. 34 е). В этом холодильнике пар омывает змеевиковую трубку с проточной водой и стенки внутренней широкой цилиндрической трубки, снаружи которой течет вода, поступающая из змеевика. Этот холодильник с интенсивным охлаждением пара является в сущности комбинацией холодильников Вейгеля — Либиха и Димрота. Он очень эффективен для фракционной перегонки жидких смесей, т. к. в нем конденсат практически не задерживается.

Чтобы улучшить работу холодильников с рубашкой, усилив перенос теплоты, создают турбулентный поток охлаждающей жидкости. Для этого трубки подачи и отвода жидкости рубашки припаивают так, чтобы их оси были расположены тангенциально по отношению к рубашке (рис. 34 ж). Тогда вода или другая охлаждающая жидкость начнет двигаться в холодильнике по спирали.

Холодильники патронного типа (рис. 35 а, б). В них центральная часть — патрон — заполнена твердой или жидкой охлаждающей смесью. Такие холодильники для низкокипящих жидкостей являются обратными. К их числу принадлежит и холодильник Штеделера (рис. 35 в), в котором конденсация пара происходит в змеевике, охлаждаемом жидкими и твердыми смесями. Жидкость, образующаяся при плавлении твердого хладагента, сливается через боковой патрубок. Через левую трубку, доходящую до дна чаши холодильника, подают жидкий компонент твердо-жидкостной охлаждающей смеси.

Пальчиковый холодильник Ширма — Гопкинса (рис. 35 г) состоит из рубашки, через которую пропускают пар, и «пальца», находящегося внутри рубашки, — устройства, через которое протекает жидкий хладагент. При использовании пальчикового холодильника скорость потока пара должна быть возможно более низкой.

Сферический холодильник Сокслета (рис. 35 д) применяют чаще как обратный холодильник. Пар проходит между на-

ружной стенкой, охлаждаемой воздухом, и наружной стенкой внутреннего шара, через который циркулирует хладагент. Холодильник Сокслета используют также при перегонке жидкостей с высокой температурой кипения.

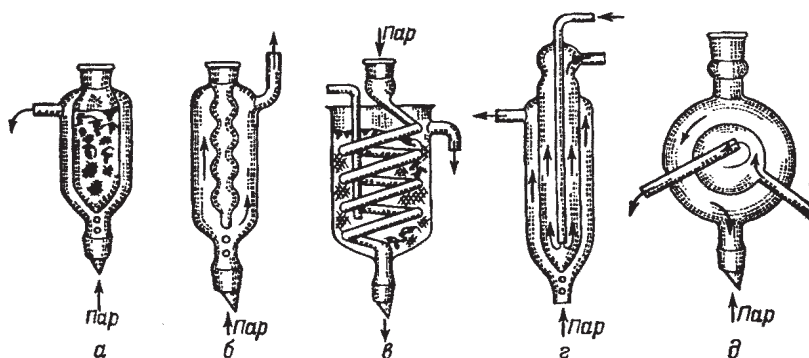


Рис. 35. Камерные холодильники: патронного типа (а, б), Штеделера (в), Ширма — Гопкинса (г) и Сокслета (д)

2.8. Ступки, чашки, тигли, лодочки и шпатели

Ступки служат для ручного измельчения твердых веществ. Выбор ступки зависит от твердости вещества. Они могут быть фарфоровыми, металлическими, из полистирола, стеклянными и агатовыми. Твердость материала ступки всегда должна быть больше твердости истираемого вещества. Измельчение твердого вещества, какую бы ступку ни выбрали, приводит к загрязнению его материалом ступки. Поэтому измельчение особо чистых веществ следует проводить иным способом.

Для грубого измельчения технических продуктов применяют стальную ступку Абиha (рис. 36 а), изготовленную из вязкой, ударопрочной хромоникелевой стали. Конец стального пестика 1 соприкасающийся с веществом, имеет насечку 4. Вещество дробят ударом молотка по пестику, поворачивая его после каждого удара. Окончательное измельчение и растирание вещества ведут путем вращения пестика с легким нажимом уже без применения молотка. Для удобства удаления измельченного материала цилиндр 3 ступки делают съемным.

Фарфоровые ступки (рис. 36 б) наиболее распространены в лабораториях. Для истирания вещества его насыпают в ступку на 1/3 ее объема. Сначала осторожными ударами пестика разбивают крупные куски, доводя их до размеров пшеничного зерна, а затем медленно растирают круговыми движениями пестика, не прижимая его сильно к стенкам ступки. Во время измельчения вещество периодически счищают со стенок и пестика фарфоровым шпателем, собирая вещество к центру ступки. Гигроскопичные и токсичные вещества измельчают, поместив ступку с пестиком в полиэтиленовый пакет, открытый верх которого завязывают у конца пестика. При измельчении завязанное место стараются удерживать рукой.

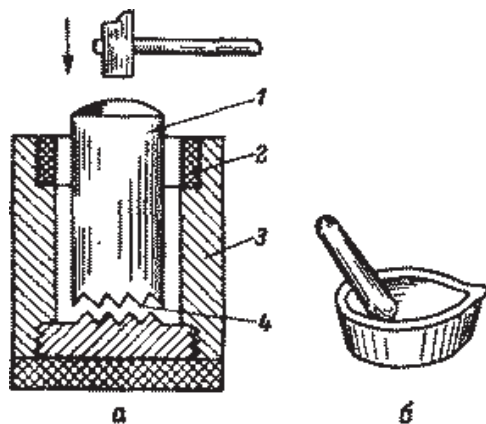


Рис. 36. Ступки: Абиха (а) и фарфоровая (б): 1 — пестик; 2 — фторопластовое кольцо; 3 — цилиндр, 4 — насечки

После удаления из ступки измельченного вещества её вместе с пестиком тщательно промывают, не откладывая эту операцию на последующие дни. Если часть измельченного вещества плотно пристала к стенкам ступки и пестика, в ступке растирают немного кристаллического оксида алюминия (корунда) или чистого кварцевого песка, можно и измельченного кварцевого стекла.

Чашки (рис. 37) применяют для выпаривания различных по составу растворов и для работ с биологическими средами. Они

могут быть фарфоровыми, платиновыми, серебряными, кварцевыми, из стекла марки «пирекс».

Фарфоровые чашки могут быть плоскодонными и круглодонными (рис. 37 а). Внутри они покрыты глазурью, снаружи глазурь доходит до $1/3$ – $1/2$ высоты от края чашки. Круглодонные чашки легче очищать от остатков выпаренного вещества. Кроме того, в таких чашках к концу упаривания раствора осадок собирается в центре, а не размазывается по всему дну, как в плоскодонных. Последние следует применять для упаривания растворов до начала кристаллизации вещества. Такая чашка при охлаждении упаренного раствора превращается в кристаллизатор.

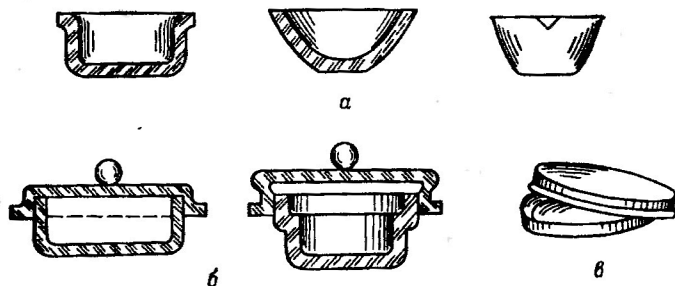


Рис. 37. Чашки: фарфоровые и кварцевые (а), Коха (б) и Петри (в)

Стеклянные и кварцевые чашки Коха (рис. 37 б) используют для хранения твердых нелетучих веществ и для биологических работ, а *чашки Петри* (рис. 37 в), изготовленные из более тонкостенного стекла с невысоким бортиком, применяют в демонстрационных опытах при использовании проекторов, а также для взвешивания твердых веществ и выпаривания на воздухе растворов (как кристаллизаторы).

Тигли — конические сосуды из огнеупорных материалов для прокаливания или сжигания различных веществ в аналитических операциях (рис. 38 а — в). Изготавливают тигли из керамики, стекла и металлов. Внешний вид тигля из огнеупорного стекла марки «викор» приведен на рис. 38 а. Все тигли, как правило, снабжают крышками. Нагревают тигли либо в тигельных и муфельных печах, либо на газовых горелках без асбестированных сеток.

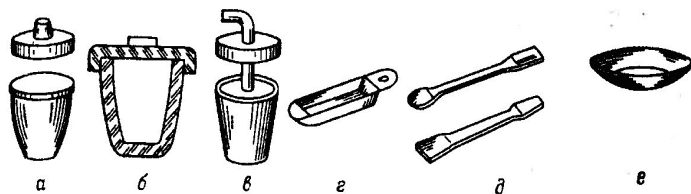


Рис. 38. Тигли (а — в), лодочки (г), шпатель (д) и часовое стекло (е)

Фарфоровые тигли выдерживают нагрев до 1200 °С. Более термостойкими являются тигли из алунда (до 1500 °С) и графита. Изготавливают тигли и из других огнеупорных материалов: карбидов титана и циркония (2700–3000 °С), диоксида циркония (2500 °С), оксидов бериллия и кальция (2400 °С).

Прокаливание вещества в токе инертного газа или газавосстановителя ведут в платиновых и фарфоровых тиглях Розе (рис. 38 в). Крышка этого тигля снабжена трубкой, по которой в тигель подают нужный газ, предварительно тщательно его высушив.

Лодочки (рис. 38 г), как и тигли, служат для прокаливания веществ при их анализе и для синтеза небольших количеств соединений путем взаимодействия твердых фаз с газами при нагревании. Лодочки изготавливают из тех же материалов, что и тигли. Фарфоровые лодочки глазурью не покрывают; обычно они имеют кольцо, за которое их можно извлекать из муфельной печи или трубки-реактора.

Шпатели-ложки, или шпатели (рис. 38 д), бывают фарфоровые, платиновые, из нержавеющей стали, полимерных материалов. Они необходимы для извлечения веществ из сосудов, для смешивания твердых веществ, снятия осадков с фильтров и других операций.

Часовые стекла (рис. 38 е) служат крышками химических стаканов, колб и миниатюрными чашками для взвешивания небольших количеств веществ или выпаривания. Стаканы с нагретыми жидкостями, особенно после их упаривания, обязательно надо накрывать часовыми стеклами во избежание загрязнений. Стекло в этом случае играет роль и крышки, и конденсатора пара. Образовавшиеся капли стекают к центру часового стекла и падают в стакан с жидкостью.

3. МЫТЬЕ И СУШКА ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ

3.1. Мытье химической посуды

Умение мыть химическую посуду является той частью лабораторной техники, знание которой обязательно для каждого работника лаборатории.

Химическая посуда должна быть совершенно чиста; без выполнения этого условия работать нельзя. Поэтому следует научиться мыть посуду так, чтобы была полная уверенность в ее чистоте.

Для выбора способа мытья посуды в каждом отдельном случае необходимо следующее:

1. Знать свойства загрязняющих посуду веществ.
2. Использовать растворимость загрязнений в воде (холодной или горячей), в растворах щелочей, различных солей или кислот.
3. Использовать свойства окислителей окислять в определенных условиях органические и неорганические загрязнения, разрушать их с образованием легко растворимых соединений.
4. Для мытья могут быть использованы все вещества, обладающие поверхностно-активными свойствами.
5. Если загрязняющий посуду осадок химически стоек, для его удаления можно применять механическую очистку (при помощи ершей и пр.).
6. Из реактивов для мытья следует применять только дешевые материалы.
7. Нужно всегда помнить о технике безопасности и возможности несчастных случаев при мытье посуды, особенно если работающий не знаком со свойствами загрязнений. Каждый новый работник лаборатории должен быть ознакомлен с правилами техники безопасности.

Удалить загрязнения со стенок посуды можно различными методами: механическими, физическими, химическими, физико-химическими или комбинируя их.

3.1.1. Механические и физические методы очистки посуды

Мытье водой. В тех случаях, когда химическая посуда не загрязнена смолой, жировыми и другими не растворяющимися в воде веществами, посуду можно мыть теплой водой. Стеклопосуда считается чистой, если на её стенках не образуется отдельных капель и вода оставляет равномерную тончайшую пленку.

Если на стенках посуды имеется налет каких-либо солей или осадок, посуду очищают (предварительно смочив водой) щеткой или ершом (рис. 39) и уже затем окончательно моют водой.

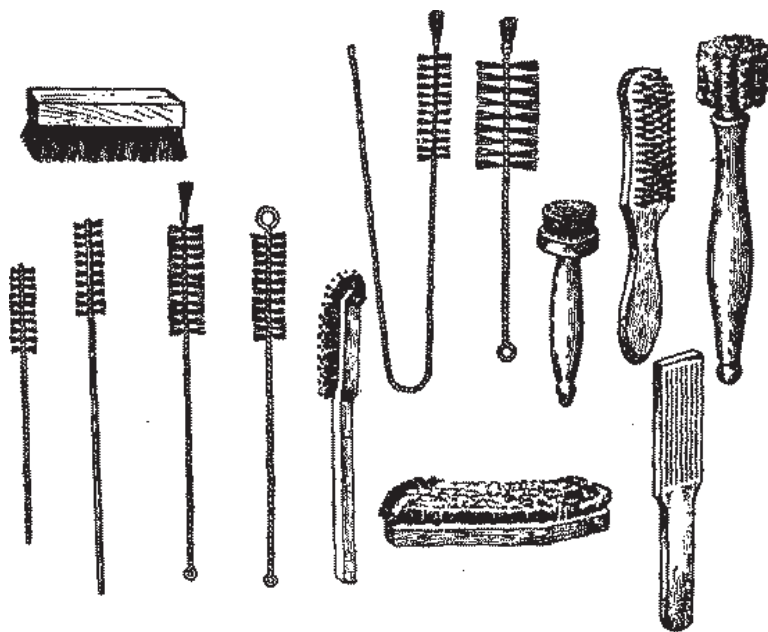


Рис. 39. Щетки для мытья посуды

При работе с ершом нужно следить, чтобы нижний конец его не ударялся ни о дно, ни о стенки посуды, т. к. этим концом можно выбить дно или проломить стенку. Чтобы предотвратить возможность разбивания посуды металлическим концом ерша, на его кончик нужно надеть кусочек резиновой трубки подходяще-

го размера. Хорошо вымытую в теплой воде посуду обязательно два-три раза споласкивают дистиллированной водой для удаления солей, содержащихся в водопроводной воде.

В раковину нельзя выливать и выбрасывать концентрированные растворы кислот и щелочей, хромовую смесь, дурно пахнущие и ядовитые вещества, металлический натрий (**ВНИМАНИЕ!**) и т. п. Концентрированные кислоты и щелочи необходимо предварительно сильно разбавить или, еще лучше, нейтрализовать во избежание разрушения канализационной сети, дурно пахнущие и ядовитые вещества должны быть разрушены или обезврежены тем или иным способом в зависимости от их свойств. При выливании в раковину таких веществ возможно их испарение и отравление воздуха лаборатории. Если нет возможности так или иначе разрушить или обезвредить эти вещества, их можно сливать только в раковину, находящуюся в вытяжном шкафу.

Мытье паром. Посуда не всегда может быть отмыта одной водой; например, этим путем нельзя удалить загрязнения жировыми веществами. Значительно лучших результатов можно достичь, если мыть посуду струей водяного пара. Этот способ мытья является лучшим, но он редко применяется, т. к. требует длительного времени.

Мытье органическими растворителями. К органическим растворителям относятся: ацетон, спирты, петролейный эфир, бензин, скипидар, четыреххлористый углерод и другие растворители.

Органические растворители применяют для удаления из посуды смолистых и других органических веществ, которые не растворяются в воде.

Для мытья посуды используют также пары органических растворителей.

Промытую парами растворителей посуду обрабатывают хромовой смесью или другими окислителями.

Большинство органических растворителей огнеопасно, работать с ними следует вдали от огня. Загрязненные органические растворители нужно собирать каждый в отдельности и время от времени регенерировать их. Регенерация состоит в том, что загрязненный растворитель отгоняют.

Мытье другими моющими средствами. Для мытья посуды можно применять и другие вещества, например мыло и особенно 10 %-й раствор тринатрийфосфата, обладающий прекрасными моющими свойствами.

При мытье водой с мылом или тринатрийфосфатом полезно поместить в колбу кусочки чистой фильтровальной или какой-либо другой мягкой бумаги. При встряхивании колбы бумага механически удаляет со стенок приставшие к ним загрязнения.

Совершенно недопустимо применять для очистки посуды песок, т. к. он царапает стекло. Посуда, имеющая царапины, при нагревании обычно лопается.

3.1.2. Химические методы очистки посуды

Мытье хромовой смесью. Очень часто в лабораториях для мытья посуды применяют хромовую смесь, т. к. хромовокислые соли в кислом растворе являются сильными окислителями. Для приготовления хромовой смеси в концентрированную серную кислоту добавляют около 5 % (от массы серной кислоты) размельченного в порошок кристаллического двуххромовокислого калия и осторожно нагревают в фарфоровой чашке на водяной бане до его растворения.

Для приготовления хромовой смеси можно применять также двуххромовокислый натрий, который растворяют в воде, а затем в раствор осторожно добавляют серную кислоту.

Смесь готовят из расчета:

Вода	100 мл
Двуххромовокислый натрий	6 г
Серная кислота, $\rho = 1,84$	100 мл

При мытье хромовой смесью посуду споласкивают сначала водой, а потом наливают слегка подогретую хромовую смесь до 1/3–1/4 объема сосуда и осторожно и медленно смачивают его внутренние стенки. После этого хромовую смесь выливают обратно в тот же сосуд, в котором она хранится, причем стараются смочить ею оставшиеся не смоченными стенки посуды и особенно наиболее загрязненные ее края. Слив всю жидкость, посуду оставляют постоять несколько минут, затем ее моют сначала водопроводной водой, потом дистиллированной.

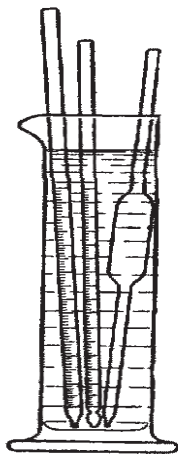
Труднее всего отмываются загрязнения на горлышках колб. Чтобы отмыть их, хромовую смесь наливают в стакан, опускают в него горло колбы, слегка обогретой, после того как колба охладится, жидкость несколько поднимается внутрь ее. Через одну-две минуты колбу вынимают, дают стечь хромовой смеси, а затем колбу моют водой.

Хромовая смесь служит довольно долго. После длительного употребления её цвет из темно-оранжевого переходит в темно-зеленый, что служит признаком её дальнейшей непригодности для мытья.

Хромовая смесь очень сильно действует на кожи и одежду, поэтому обращаться с ней следует осторожно.

Хромовую смесь следует набирать в пипетку при помощи резиновой груши без баллона.

Пипетки, бюретки и подобные им длинные трубки удобно также мыть хромовой смесью в толстостенном цилиндре такой высоты, чтобы трубки могли быть погружены в него более чем наполовину. В цилиндр помещают подлежащие мытью трубки и заливают его почти доверху хромовой смесью. Через некоторое время трубки вынимают и помещают их в цилиндр обратными концами (рис. 40).



*Рис. 40. Мытье пипеток, бюреток и трубок
в толстостенном цилиндре*

В качестве моющего средства можно применять также раствор $K_2Cr_2O_7$ в концентрированной HNO_3 . Для приготовления этого раствора 200 г $K_2Cr_2O_7$ растворяют в 1 л HNO_3 . Такой раствор даже при комнатной температуре по своим моющим свойствам превосходит хромовую смесь и устойчив в течение длительного времени.

Хромовую смесь не применяют, если посуда загрязнена парафином, керосином, воском, минеральными маслами и вообще продуктами перегонки нефти. В этих случаях посуду моют паром или органическими растворителями.

Нужно избегать попадания в хромовую смесь спиртов — этилового или метилового, тотчас окисляющихся и восстанавливающих $Cr_2O_7^{2-}$ ион до Cr^{3+} . В результате этого раствор приобретает зеленую окраску и делается непригодным для дальнейшего применения.

Если посуда загрязнена солями бария, мыть её хромовой смесью, содержащей серную кислоту, нельзя, т. к. получающийся серноокислый барий образует на стенках посуды трудноудаляемый осадок.

Если хромовая смесь попадает на кожу рук или одежду, их следует прежде всего обмыть большим количеством воды, затем раствором соды или аммиака.

Мытье марганцовокислым калием. Хорошим средством для мытья посуды является 4 %-й раствор марганцовокислого калия.

Раствор марганцовокислого калия — сильный окислитель, особенно когда он подогрет и подкислен серной кислотой; его наливают в посуду, которую нужно предварительно вымыть горячей водой и вычистить ершом или щеткой. Затем тонкой струей добавляют немного концентрированной серной кислоты, что вызывает разогревание, вполне достаточное, чтобы все загрязнения на стенках быстро окислились. Серную кислоту следует брать в таком количестве, чтобы после добавления её температура раствора была около 50–60 °С. Обычно на 100 мл раствора марганцовокислого калия бывает достаточно добавить 3–5 мл концентрированной серной кислоты.

Нужно брать именно серную кислоту и ни в каком случае не соляную, т. к. последняя окисляется марганцовокислым калием с образованием свободного хлора.

Иногда после мытья посуды раствором марганцовокислого калия на её стенках появляется бурый налет; его можно удалить, споласкивая посуду растворами закисного сернокислого железа (FeSO_4) или щавелевой кислоты. После этого посуду моют водой.

Отработанный подкисленный раствор марганцовокислого калия обычно выливают и повторно не используют.

Мытье смесью соляной кислоты и перекиси водорода. Очень удобным и доступным окислителем, который с успехом можно применять для мытья химической посуды, является смесь Комаровского, состоящая из равных объемов 6 н. раствора HCl и 5–6 %-го раствора перекиси водорода. Эта смесь действует очень энергично, особенно при небольшом подогревании, при этом она не влияет на стекло, чего нельзя сказать о хромовой смеси или подкисленном растворе марганцовокислого калия. Вместо соляной кислоты можно пользоваться и уксусной.

Для мытья смесь наливают в слегка подогретую посуду (мерную посуду нагревать нельзя) или же подогревают смесь до 30–40° С. Обмывают стенки посуды смесью, затем выливают её в ту же посуду, в которой она хранилась, для повторного использования. После этого посуду моют водой, как обычно.

Мытье серной кислотой и растворами щелочей. Когда посуда загрязнена смолистыми веществами, нерастворимыми в воде, а также в тех случаях, когда в лаборатории нет хромовой смеси, посуду можно мыть концентрированной серной кислотой или концентрированным (до 40 %) раствором щелочи (NaOH , KOH). Смолы большей частью растворяются в кислоте или в щелочи. Загрязненный сосуд заполняют на 1/4 щелочью (если смолы много, жидкость наливают так, чтобы вся смола была покрыта ею, но сосуд можно было бы свободно встряхивать). Когда смолы много, операцию повторяют несколько раз.

3.1.3. Смешанные способы мытья посуды

Наилучшим примером сочетания различных способов очистки является мытье бюреток. Процесс мытья бюретки очень кропотливый и трудоемкий.

Сначала бюретку, если это необходимо, тщательно протирают ершом. Затем вынимают кран, стирают с него и с муфты крана

вазелин или другую смазку, которыми всегда смазывают кран. Хорошо очищенный кран вставляют в муфту и прикрепляют резиновым кольцом, чтобы во время мытья он не выпал и не разбился. После этого бюретку, в зависимости от загрязнения, моют кислотой, растворами щелочей, насыщенным раствором марганцовокислого калия, подкисленным серной кислотой или хромовой смесью. В отдельных случаях можно влить раствор в бюретку, закрепленную в штативе, и оставить на ночь, подставив под бюретку стакан на тот случай, если кран начнет протекать. Затем бюретку промывают водопроводной водой и ополаскивают несколько раз дистиллированной водой, прочищают кран и муфту фильтровальной бумагой, смазывают их тонким слоем вазелина или другой смазкой и вставляют кран в муфту.

В хорошо вымытой бюретке мениск всегда имеет правильную вогнутую поверхность и на стенках не образуются капли.

Очистка посуды для особо точных работ. Для некоторых работ требуется особенно чистая посуда.

Стекло и кварц, из которых делают лабораторную посуду, обладают способностью сорбировать многие ионы. Например, после мытья хромовой смесью кварцевой или стеклянной посуды на её стенках остаются ионы хромовой кислоты. На стенках посуды могут также сорбироваться многие ионы металлов, например Pb^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} и пр. Присутствие всех этих ионов может вызвать ошибки при аналитических определениях. Поэтому вымытую посуду, в которой были растворы, содержащие ионы тяжелых металлов, после ополаскивания водой следует обмыть 5 %-м раствором комплексона III, а для удаления хромат-ионов — ополоснуть разбавленным раствором щавелевой кислоты (~ 0,01 н. раствор). Затем посуду еще раз хорошо обмывают водой, еще раз ополаскивают комплексоном III и заканчивают мытье как обычно.

При определении микрокомпонентов (ионов металлов, содержащихся в исследуемом материале в крайне малом количестве) необходимо предупредить переход в раствор ионов металлов с поверхности стеклянной посуды. Для достижения такой чистоты в стеклянную посуду, тщательно вымытую описанными выше приемами, приливают до 10 мл 0,001 %-го раствора дити-

зона в четыреххлористом углероде, встряхивают в течение нескольких минут, дают отстояться, после чего окрашенный раствор выливают в посуду для отработанного четыреххлористого углерода. Такую обработку посуды проводят до тех пор, пока раствор дитизона не перестанет изменять свою зеленую окраску. Когда это будет достигнуто, посуду промывают четыреххлористым углеродом и специально очищенной дистиллированной водой. Однако случается, что такая обработка не дает нужного эффекта. Тогда посуду вначале обрабатывают 1 %-м водным раствором диэтилдитиокарбамата, встряхивая в течение нескольких минут, а затем раствор сливают, промывают посуду дистиллированной водой, очищенной раствором дитизона.

3.2. Сушка химической посуды

Иногда вымытая посуда должна быть хорошо высушена. Сухая посуда нужна, когда работу необходимо проводить в отсутствие следов влаги (очень многие органические реакции).

Различают: а) методы холодной сушки (без нагревания); б) метод горячей сушки (при нагревании).

Если работу проводят с водными растворами, то, как правило, сушка посуды нерациональна.

3.2.1. Методы холодной сушки

Сушка на колышках. Это самый распространенный способ сушки посуды. В лаборатории должна быть специальная доска с колышками, которую обычно помещают над раковиной для мытья посуды. Нужно следить за чистотой колышков и протирать их, т. к. на влажных колышках легко удерживается пыль и случайные загрязнения. Чтобы избежать загрязнения посуды от колышков, их можно обертывать чистой фильтровальной бумагой и уже потом надевать на них посуду.

Стол для сушки посуды. Недостатком сушки на колышках является возможность загрязнения посуды. Поэтому в аналитических лабораториях, для которых чистота посуды является чрезвычайно важным условием, лучше пользоваться столами для сушки. Это обычный стол, в крышке которого прорезаны круглые отверстия различного диаметра.

Сушка спиртом и эфиром. Обтерев сосуд снаружи чистым полотенцем, ополаскивают его сначала чистым этиловым спиртом, а затем чистым диэтиловым эфиром. Пары эфира удаляют продуванием холодного воздуха.

Остатки спирта и эфира выливать в раковину нельзя. Их сливают отдельно для последующей регенерации.

Сушка в эксикаторе. В тех случаях, когда нужно принимать особые меры защиты вымытой посуды от загрязнения веществами, содержащимися в воздухе, мелкие стеклянные изделия следует высушивать в эксикаторе. Лучше применять вакуум-эксикаторы, заполненные силикагелем, хорошо адсорбирующим пары воды. В эксикаторы при этом помещают твердые водопоглощающие вещества, но не серную кислоту.

3.2.2. Методы сушки при нагревании

Сушка горячим воздухом. Для ускорения сушки можно обдувать посуду горячим воздухом. Иногда посуду сушат над электроплиткой или над коптящим «холодным» пламенем горелки.

Нагревание следует проводить осторожно, т. к. в случае неравномерного обогрева посуда может лопнуть в результате местного охлаждения находящимися на стенках каплями воды.

Сосуд нужно все время поворачивать и после окончания высушивания обтереть со стекла копоть.

Мерную посуду (пипетки, мерные колбы и т. д.) нагревать на пламени нельзя.

Сушка в сушильном шкафу. Быстро высушить посуду можно также в сушильном шкафу. Обыкновенно в сушильный шкаф посуду ставят после того, как она некоторое время постояла перевернутой (на колышках, решетке или сушильном столе) для удаления воды. Сушку проводят при 80–100 °С. На полку шкафа следует положить кусок чистой фильтровальной бумаги.

Посуду при высушивании в сушильном шкафу не следует ставить вверх дном, т. к. это замедляет улетучивание паров воды. После сушки в сушильном шкафу посуду сразу применять нельзя, ей нужно сначала дать остыть.

При мытье и сушке посуды необходимо помнить:

1) посуда всегда должна быть чисто вымыта и ополоснута дистиллированной водой;

2) при работе с ершом нужно следить, чтобы нижним концом его не проткнуть дно или не пробить стенку сосуда;

3) при сушке посуды надо следить, чтобы она не загрязнилась;

4) при мытье посуды различными органическими растворителями необходимо экономить последние;

5) осадки и растворы ценных веществ (йод, серебро, платина, ртуть и др.) при подготовке посуды к мытью нельзя выбрасывать, их следует собирать в отдельные склянки;

6) концентрированные растворы кислот и щелочей, дурно пахнущие и ядовитые вещества, хромовую смесь, металлический натрий и т. п. нельзя выливать или выбрасывать в раковину;

7) выбирая способ мытья, прежде всего нужно учитывать, каким веществом загрязнена данная посуда;

8) при мытье посуды следует придерживаться правил техники безопасности и санитарии;

9) все опасные и ядовитые вещества могут отмывать только люди, обученные обращению с такими веществами. Для мытья посуды с такими загрязнениями следует отводить отдельную раковину, помещенную под тягой;

10) дурно пахнущие загрязнения отмывают только под тягой;

11) следует соблюдать большую осторожность при использовании для мытья посуды концентрированных щелочей, концентрированных кислот, хромовой смеси и других окислителей. При работе с органическими растворителями следует избегать вдыхания их паров, попадания растворителей на руки и одежду и помнить об огнеопасности многих органических растворителей;

12) для отмывания загрязнений применяют наиболее дешевые материалы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Правдин, В. П. Лабораторные приборы и оборудование из стекла / В. П. Правдин. — М. : Химия, 1978.
2. Лукс, Г. Экспериментальные методы в неорганической химии / Г. Лукс. — М. : Мир, 1965.
3. Степин, Б. Д. Техника лабораторного эксперимента в химии: учеб. пособие для вузов / Б. Д. Степин. — М. : Химия, 1999.
4. Берлин, А. Я. Техника лабораторных работ в органической химии / А. Я. Берлин. — М. : Химия, 1973
5. Лабораторная техника органической химии / под ред. Б. Кейла. — М. : Мир, 1966.
6. Воскресенский, П. И. Техника лабораторных работ / П. И. Воскресенский. — М. : Химия, 1973.

Оглавление

1. МАТЕРИАЛЫ И ПРИСПОСОБЛЕНИЯ В ТЕХНИКЕ ЛАБОРАТОРНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА.....	3
1.1. Стекло.....	3
1.2. Керамика, графит и асбест.....	4
1.3. Полимерные материалы.....	8
1.4. Металлы.....	10
1.5. Материалы для фильтрования.....	12
1.6. Резина и каучуки (пробки и шланги).....	15
1.7. Смазки, замазки и уплотняющие средства.....	21
1.8. Монтажные приспособления, крепежные изделия и амортизаторы.....	23
2. ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА.....	27
2.1. Химические стаканы, колбы и реторты.....	27
2.2. Колокола, колпаки, склянки и пробирки.....	35
2.3. Промывалки, эксикаторы и сосуды Дьюара.....	39
2.4. Краны, зажимы и каплеуловители.....	43
2.5. Сифоны, переходные трубки, алонжи, шлифы, стеклянные трубки и капилляры.....	46
2.6. Делительные и капельные воронки, ампулы и бюксы.....	51
2.7. Холодильники.....	55
2.8. Ступки, чашки, тигли, лодочки и шпатели.....	59
3. МЫТЬЕ И СУШКА ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ.....	63
3.1. Мытье химической посуды.....	63
3.1.1. Механические и физические методы очистки посуды.....	64
3.1.2. Химические методы очистки посуды.....	66
3.1.3. Смешанные способы мытья посуды.....	69
3.2. Сушка химической посуды.....	71
3.2.1. Методы холодной сушки.....	71
3.2.2. Методы сушки при нагревании.....	72
Литература.....	74

Учебное издание

ОСНОВЫ ПОСТАНОВКИ ХИМИЧЕСКОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

Практикум

Составители:

Бегунов Роман Сергеевич

Валяева Ася Николаевна

Редактор, корректор М. Э. Левакова

Верстка Е. Б. Половковой

Подписано в печать 05.12.13. Формат 60×84 ¹/₁₆.

Усл. печ. л. 4,42. Уч.-изд. л. 3,52.

Тираж 50 экз. Заказ

Оригинал-макет подготовлен

в редакционно-издательском отделе ЯрГУ.

Ярославский государственный университет

им. П. Г. Демидова.

150000, Ярославль, ул. Советская, 14.