

П И ВОСКРЕСЕНСКИЙ

ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ



П. И. ВОСКРЕСЕНСКИЙ

ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

9-е ИЗДАНИЕ,
ПЕРЕРАБОТАННОЕ И ДОПОЛНЕННОЕ

ИЗДАТЕЛЬСТВО «ХИМИЯ»
МОСКВА 1969

УДК 542.1/3 (076.5)
В 76

П. И. Воскресенский, **Техника лабораторных работ.**

Книга является практическим пособием для лиц, работающих в химических лабораториях различного типа: аналитических, исследовательских, учебных и др. Она содержит описание лабораторного химического оборудования, посуды и различных операций, которые приходится проводить при выполнении химических работ.

Книга может быть рекомендована как руководство для работы препараторов, лаборантов, химиков и студентов.

Книга содержит 17 таблиц, 519 иллюстраций, 200 библиографических ссылок.

2-5-5
62-69

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие к 9-му изданию 9

Введение 11

Требования к помещению лаборатории 11
Оборудование лаборатории 12
О работе в лаборатории 14
О реактивах и обращении с ними 19
Лабораторный рабочий стол 26
Дистиллированная и деминерализованная вода 29
Получение дистиллированной воды 29
Получение деминерализованной воды 38
Рекомендуемая литература 42

Глава 1. **Химическая посуда и другие принадлежности** 45

Стеклянная посуда 45
Посуда общего назначения 45
Посуда специального назначения 66
Лабораторная стеклянная посуда с нормальными шлифами 90
Мерная посуда 92
Проверка калиброванной посуды 124
Несколько замечаний о сортах стекла 126
Химическая посуда из новых материалов 129
Фарфоровая и высокоогнеупорная посуда 130
Фарфоровая посуда 130
Высокоогнеупорная посуда 136
Кварцевая посуда 139
Металлическое оборудование 140
Лабораторный инструментарий 147
Рекомендуемая литература 148

Глава 2. **Мытье и сушка химической посуды** 153

Мытье химической посуды 153
Механические и физические методы очистки посуды . 154
Химические методы очистки посуды 161
Смешанные способы мытья посуды 166
Сушка химической посуды 168
Методы холодной сушки 168
Методы сушки при нагревании 171
Рекомендуемая литература 173

Глава 3. **Пробки и обращение с ними** 174
Рекомендуемая литература 185

Глава 4. **Нагревание и прокаливание** 186
Нагревательные приборы 186
Электронагревательные приборы 186
Газовые нагревательные приборы 196
Жидкостные горелки 202
Другие средства нагревания 204
Нагревание 205
Нагревание в атмосфере инертных или других газов 218
Нагревание полупроводниковыми пленками 219
Нагревание в посуде из электропроводящего стекла 221
Нагревание газов и паров 222
Нагревание при микро- и полумикрохимических работах 223
Прокаливание 225
Несколько замечаний о работах, связанных с нагреванием и прокаливанием 228
Рекомендуемая литература 229

Глава 5. **Весы и взвешивание** 231
Весы для грубого взвешивания 232
Весы для точного взвешивания 234
Аналитические весы 239
Аналитические весы периодического качания 243
Аналитические весы апериодического качания 254
Полуавтоматические весы 256
Автоматические весы для быстрого взвешивания (экспрессное взвешивание) 259
Полумикровесы 260
Микрохимические весы 260
Аналитические микрохимические весы периодического качания 261
Аналитические микрохимические весы апериодического качания 268
Микроаналитические весы М-20 270
Микрохимические одноплечие весы 271
Электронные микровесы ЭМ-1 271
Специальные весы 272
Квадрантные весы 272
Пробирные весы 273
Торзионные, или пружинные, весы 275
Термовесы и вакуумные весы 276
Рекомендуемая литература 278

Глава 6. **Измерение температуры** 280
Приборы для измерения температуры 281
Дилатометрические термометры 281
Манометрические термометры 292
Электрические термометры 294
Пирометры 301
Термохимический метод измерения температуры 307
Автоматизация контроля температуры 309

Терморегуляторы 311
Термостаты 314
Рекомендуемая литература 317

Глава 7. **Измерение давления** 320
Приборы для измерения давления 320
Приборы для измерения атмосферного и близкого к нему давления 321
Приборы для измерения давления больше атмосферного 322
Приборы для измерения давления ниже атмосферного 325
Другие способы измерения вакуума 328
Регуляторы давления, или маностаты 328

Глава 8. **Получение вакуума** 330
Обычный вакуум 330
Средний вакуум 337
Глубокий вакуум 340
Рекомендуемая литература 342

Глава 9. **Измельчение и смешивание** 343
Измельчение 343
Ручное измельчение 343
Механическое измельчение 347
Смешивание 357
Смешивание твердых веществ 357
Перемешивание жидкостей 359
Рекомендуемая литература 367

Глава 10. **Растворение** 369
Основные понятия о растворах 369
Классификация растворов 373
Концентрации растворов 373
Техника приготовления растворов 376
Расчеты при приготовлении водных растворов 378
Растворы солей 386
Растворы щелочей 387
Растворы кислот 394
Фиксаналы 397
Некоторые замечания о титровании и точных растворах 399
Расчеты при титровании с помощью весовых бюреток 403
Рациональные величины 404
Растворение жидкостей 407
Растворение газов 407
Индикаторы 408
Автоматическое титрование 410
Неводные растворы 413
Растворение в органических растворителях 415
Обесцвечивание растворов 418
Рекомендуемая литература 421

Глава 11. **Фильтрование** 424
Общие понятия 424
Фильтрующие материалы 427
Способы фильтрования 431
Фильтрование при обычном давлении 431
Фильтрование под вакуумом 434
Фильтрование при нагревании 447
Фильтрование при охлаждении 451
Фильтрование в атмосфере инертного газа 452
Фильтрование с использованием центрифуги 453
Фильтрование под давлением 454
Отделение трудноотфильтровываемых осадков 458
Фильтрование легколетучих жидкостей 460
Автоматическое фильтрование 462
Промывание осадков 464
Отжим 472
Ультрафильтрование и ультрафильтры 473
Центрифугирование 476
Фильтрование и очистка газов 480
Рекомендуемая литература 484

Глава 12. **Дистилляция** 487
Общие понятия 487
Перегонка под обыкновенным давлением 490
Вакуум-перегонка (перегонка под уменьшенным давлением) 494
Перегонка с водяным паром 504
Сублимация, или возгонка 511
Рекомендуемая литература 513

Глава 13. **Экстракция** 516
Общие понятия 516
Экстрагирование твердых веществ 518
Холодное экстрагирование 518
Горячее экстрагирование 524
Экстрагирование жидкостей 527
Автоматическое экстрагирование из непрерывного потока 534
Экстрагирование расплавами твердых органических веществ 536
Рекомендуемая литература 537

Глава 14. **Выпаривание и упаривание** 540
Общие понятия 540
Проведение выпаривания 541
Рекомендуемая литература 555

Глава 15. **Кристаллизация** 557
Общие понятия 557
Проведение кристаллизации 557
Охлаждение 561
Рекомендуемая литература 565

Глава 16. **Высушивание** 566
Общие понятия 566
Высушивание газов 569
Высушивание органических жидкостей 570
Высушивание твердых веществ 579
Освобождение от остатков органических растворителей 588
Рекомендуемая литература 589

Глава 17. **Специальные методы очистки веществ** 591
Рекомендуемая литература. 598

Глава 18. **Работа с вредными и ядовитыми веществами** 600
Работа с газообразными ядовитыми веществами 601
Работа с жидкими ядовитыми веществами 603
Работа с твердыми ядовитыми веществами 614
Работа с радиоактивными веществами 616
Рекомендуемая литература 616

Глава 19. **Определение плотности** 618
Рекомендуемая литература 633

Глава 20. **Определение температуры кипения** 634
Рекомендуемая литература 637

Глава 21. **Определение температуры плавления** 638
Рекомендуемая литература 641

Глава 22. **Газовые баллоны и обращение с ними** 642
Рекомендуемая литература 647

Глава 23. **Работа с применением высокого давления** 648
Рекомендуемая литература 653

Глава 24. **Работа с веществами высокой степени чистоты** . . . 654
Рекомендуемая литература 657

Глава 25. **Элементарные сведения по обращению со стеклом** 658
Рекомендуемая литература 665

Глава 26. **Некоторые полезные рецепты** 666
Замазки 666
Надписи 670
Обработка лабораторного стола 672
Легкоплавкие сплавы 672
Мази 673
Смазки для шлифов 673
Разное 674
Воронение стальных тиглей 681
Восстановление драгоценных металлов и иода из лабораторных остатков 681
Приготовление индикаторных бумаг 682
Рекомендуемая литература 683

Глава 27. **О пожарах в лаборатории** 685
Глава 28. **Медицинская помощь в лаборатории** 690
Рекомендуемая литература 694

Приложения 695
I. Солевые ванны (наиболее доступные) 695
II. Объем 1 г воды (удельный объем) при температуре от 0 до 100 °С 696
III. Давление водяного пара при температуре выше 100 °С 696
IV. Температура кипения воды при различном давлении (давление паров воды при различных температурах) 698
V. Таблица важнейших растворителей 699
VI. Международная система единиц (система «СИ») . . 701

Предметный указатель 709

ПАМЯТИ МОЕЙ МАТЕРИ
ЛЮБОВИ ВАСИЛЬЕВНЫ ВОСКРЕСЕНСКОЙ
ПОСВЯЩАЮ ЭТОТ СКРОМНЫЙ ТРУД

ПРЕДИСЛОВИЕ К 9-му ИЗДАНИЮ

В современных условиях, при все возрастающих масштабах исследований в области всех разделов химии и смежных областей, при увеличении числа химических лабораторий, овладение техникой лабораторных работ стало особенно важным. Автор стремился познакомить читателей предлагаемой книги со всем, что есть нового в этой области. Использование громадного потока информации даже в виде обзоров на много увеличило бы объем книги, поэтому автором в предыдущих изданиях, начиная с 5-го, в конце глав были даны списки рекомендуемой литературы, содержащие указания лишь на наиболее интересные работы и статьи по рассмотренному в главе вопросу. Практика показала целесообразность этого, и в настоящем издании также помещены списки рекомендуемой литературы; к сожалению, привести полную библиографию не представляется возможным.

В настоящем, 9-ом издании, введены новые главы: «Измерение давления» и «Получение вакуума»; некоторые главы переработаны, к

другим сделаны дополнения. Автор надеется, что настоящее издание «Техники лабораторных работ» окажется не менее полезным, чем предыдущие, и будет благодарен за все замечания, а также советы и рекомендации.

П. Воскресенский

«Призывая к теоретическим химическим занятиям, я убежден, что зову людей к полезнейшему труду...

А для этого необходимо усвоить прежде всего химическую практику, т. е. мастерство предмета, искусство спрашивать природу и слышать ее ответы в лабораториях и книгах».

Д. И. Менделеев, «Основы химии», из предисловия к 4-му изданию

ВВЕДЕНИЕ

Приступая к работе в химической лаборатории, каждый начинающий с первых же шагов встречает ряд затруднений, связанных с незнанием техники лабораторных работ. Конечно, нужные знания и навыки приобретаются со временем, но лучше освоить их в самом начале работы.

Без знания техники лабораторных работ нельзя быть уверенным в точности поставленного эксперимента. Так, например, чистота химической посуды при аналитических исследованиях имеет чрезвычайно большое значение; иногда при использовании недостаточно чисто вымытой химической посуды (по небрежности или по неумению) могут быть получены искаженные результаты опыта и сделаны неправильные выводы.

Техника лабораторных работ имеет большое, чисто прикладное значение; она основана на строгих научных принципах.

Правильное проведение любой операции или приема в лабораторной работе невозможно, если исполнитель не понимает их смысла и тех теоретических предпосылок, которые лежат в их основе. Поэтому, чтобы овладеть техникой лабораторных работ, необходимо хорошо знать теоретические основы химии, физики и смежных с ними наук.

Несмотря на разные цели, преследуемые различными лабораториями, все они имеют много общего в отношении организации, оборудования и характера основных лабораторных работ.

ТРЕБОВАНИЯ К ПОМЕЩЕНИЮ ЛАБОРАТОРИИ

Помещение лаборатории должно быть по возможности просторным и светлым. Лабораторию не следует устраивать в таком месте, где по тем или иным причинам происхо-

дит вибрация здания, так как это мешает работе и часто делает невозможным обращение с аналитическими весами, а также микроскопом и другими оптическими приборами.

Нельзя помещать лабораторию близко от котельных, дымовых труб и мест, где вообще возможно загрязнение воздуха пылью, сажей или химически активными газами. Последние могут разрушать точные приборы, портить титрованные растворы (затрудняя этим проведение анализов) и т. д.

Очень существенным является освещение помещения. Лаборатория должна иметь большие окна, обеспечивающие достаточное освещение днем. Для вечернего освещения, помимо потолочных ламп, над каждым рабочим местом должен находиться источник света.

В аналитических лабораториях рекомендуется применять лампы дневного света. Это особенно касается лабораторий, работающих по вечерам или круглосуточно.

Рабочие столы должны быть поставлены так, чтобы свет падал сбоку,— по возможности, с левой стороны от работающего или же спереди. Ни в коем случае нельзя допускать, чтобы свет падал в спину работающего или чтобы рабочее место затемнялось стоящими перед ним шкафами, столами и т. п.

Удобнее всего, когда рабочее место освещается спереди скрытыми лампами дневного света. Это не утомляет зрения работающих и позволяет расположить столы в помещении наиболее рационально.

На предприятиях центральная лаборатория, в которой проводятся наиболее ответственные аналитические и исследовательские работы, должна помещаться в отдельном, не связанном с другими здании.

Совершенно недопустимо большое скопление работающих в лаборатории. Средняя норма площади на каждого работающего должна быть около 14 $м^2$ и не менее 1,5 $м$ длины стола. В аналитических лабораториях, проводящих массовые анализы, длина стола одного рабочего места может достигать 3 $м$.

ОБОРУДОВАНИЕ ЛАБОРАТОРИИ

Основным оборудованием лаборатории является рабочий стол, на котором проводится вся экспериментальная работа.

В каждой лаборатории должна быть хорошая вентиляция. Обязателен вытяжной шкаф, в котором проводят все работы с использованием дурно пахнущих или ядовитых соединений, а также сжигание в тиглях органических веществ. В специальном вытяжном шкафу, в котором не проводят работ, связанных с нагреванием, хранят легколетучие, вредные или дурно пахнущие вещества (жидкий бром, концентрированные азотную и соляную кислоты, и т. п.), а также легковоспламеняющиеся вещества (сероуглерод, эфир, бензол и др.).

В лаборатории необходимы водопровод, канализация, проводка технического тока, газа и водонагревательные приборы. Желательно также иметь подводку сжатого воздуха, вакуум-линию, подводку горячей воды * и пара.

Лаборатория должна иметь установки для дистилляции (или деминерализации) воды, так как без дистиллированной или деминерализованной воды в лаборатории работать нельзя **.

Около рабочих столов и водопроводных раковин обязательно должны быть глиняные банки емкостью 10—15 $л$ для сливания ненужных растворов, реактивов и т. д., а также корзины для битого стекла, бумаги и прочего сухого мусора.

Кроме рабочих столов, в лаборатории должны быть письменный стол, где хранятся все тетради и записи, и, при необходимости, титровальный стол. Около рабочих столов должны быть высокие табуреты или стулья.

Аналитические весы и приборы, требующие стационарной установки (электрометрические, оптические и др.), помещают в отдельном, связанном с лабораторией помещении, причем для аналитических весов должна быть выделена специальная весовая комната. Желательно, чтобы весовая была расположена окнами на север. Это важно потому, что на весы не должен попадать солнечный свет (см. гл. 5 «Весы и взвешивание»).

---

* Если нет специальной подводки, для получения горячей воды применяют водонагреватели различных систем (см. стр. 195 и 201). При помощи этих аппаратов, обогреваемых электричеством или газом, можно быстро получить струю горячей воды с температурой почти 100 °С.

** В тех случаях, когда получение дистиллированной воды затруднено или невозможно, пользуются продажной дистиллированной водой (см. стр. 35).

В лаборатории нужно иметь также самые необходимые справочные книги, пособия и учебники, так как нередко во время работы возникает необходимость в той или иной справке.

О РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ

Необходимо обращать самое серьезное внимание на создание в лаборатории такой обстановки, которая бы облегчала работу. Искусство химика состоит не в том, чтобы получить нужные результаты путем применения дорогих и сложных приспособлений; важно достигнуть цели с помощью самых обыкновенных средств и аппаратуры, что возможно только тогда, когда работающий хорошо усвоит правильное и разумное их применение.

Необходимо стремиться к рационализации работы, стараясь получить максимальный эффект при минимальной затрате средств, времени и труда. Важнейшими условиями для достижения этого являются: 1) целесообразное устройство лаборатории, т. е. рациональное размещение рабочих мест и оборудования; 2) подбор соответствующих инструментов, посуды и необходимых аппаратов; 3) хорошая подготовка к работе исполнителя; 4) экономное использование материалов при постановке экспериментов.

Последнее достигается осуществлением опытов с небольшим количеством вещества. При этом отдельные операции (нагревание, охлаждение, фильтрование, высушивание, перегонка и т. д.) требуют несравненно меньше труда и времени, давая одинаковый конечный результат с результатом опыта, проведенного в большом масштабе.

У начинающих нередко встречаются затруднения при проведении той или иной операции. В таких случаях следует обратиться за советом или помощью к более опытному товарищу по работе.

Нередко в лабораториях, особенно неполно оборудованных, недостает какого-либо специального приспособления или аппарата; в таких случаях нужно постараться заменить его другим приспособлением, пусть несовершенным, но позволяющим не останавливать работу. Нужно самому научиться делать самые необходимые приборы или приспособления, полезно также овладеть основами стеклодувного дела.

Очень важно рационализировать свое рабочее место. Нередко небольшие количества жидкости содержатся в

больших бутылях, что не только вызывает загромождение стола, но и создает неудобства в работе; из большой бутыли выливать жидкость значительно труднее, чем из малой, и гораздо легче разлить. Поэтому всегда небольшие количества жидкости нужно хранить в небольших сосудах. Далее, у многих, особенно начинающих химиков, бывает стремление собрать у себя максимальное количество химической посуды, что неизбежно приводит к ее бою. Около себя нужно иметь только самое необходимое, не создавая лишних запасов.

Нужно приучить себя к аккуратному обращению с химической посудой. Грязную химическую посуду следует мыть тотчас же после окончания работы, а не оставлять до того момента, когда она снова будет необходима.

В лабораторной практике чрезвычайно важным условием является чистота. Случается, что неряшливость работающего портит опыт или анализ потому, что грязь со стола попадает в посуду, применяемую в работе. Поэтому нужно быть требовательным к себе и к окружающим, следя, чтобы в лаборатории было чисто.

По состоянию рабочего места можно безошибочно судить и о работающем. Чем культурнее химик, тем чище его рабочее место, тем большего доверия заслуживают результаты его работы.

Нужно заботиться также о чистоте склянок с реактивами, на наружных стенках которых оседают соли аммония, всегда присутствующие в воздухе лабораторных помещений. Склянки, особенно их горла, следует обтирать чистой влажной тряпкой. Рекомендуется также горла закрывать сверху стеклянными колпачками или стаканчиками (без носика) так, чтобы края их опирались на склянку. Такая предосторожность предупреждает оседание аммонийных солей (преимущественно углекислого аммония) на горле и предохраняет от попадания их в раствор при выливании его из склянки.

Все химические стаканы, колбы, чашки и т. п. при работе должны быть прикрыты часовым стеклом или чистой бумагой, чтобы предотвратить попадание в них пыли или загрязнений.

Совершенно недопустимо брать какую-либо посуду, приборы, термометры и т. д. из чужой собранной установки, так как это может привести к порче работы товарища.

Важно рационально и правильно использовать рабочее время. Если определение или опыт почему-либо задерживаются, следует начать другое определение или подготовку к другому опыту. Так, пока тигли после прокаливания поставлены в эксикатор для охлаждения, свободное время можно использовать для другой работы, например взять навески для следующего анализа. Во время прокаливания тигля можно проводить титрование, фильтрование или какую-либо другую работу, только иногда отрываясь от нее для того, чтобы посмотреть, как идет прокаливание.

Но рационально использовать время не значит спешить, так как спешка в конечном итоге может нередко привести к еще большей потере времени. Особенно вредна спешка при аналитических работах.

Нужно принять за правило: если сделана какая-нибудь ошибка или потеряна часть исследуемого вещества, работу следует немедленно прекратить и начать ее снова.

Необходимо следить, чтобы лаборатория всегда была в порядке. Уходя из лаборатории, надо убедиться, что все краны — газовые, водопроводные и др.— закрыты; все моторы и электронагревательные приборы выключены; дверцы вытяжных шкафов опущены; стол чист и убран; все дорогие приборы и аппараты закрыты или спрятаны; никаких огнеопасных веществ на столах нет. Надо проверить, на месте ли противопожарные средства, закрыть общий водопроводный и газовый краны, если они имеются в лаборатории, выключить рубильники от подводок к приборам, выключить свет и тогда только оставить лабораторию.

При посещении других лабораторий необходимо ознакомиться со всем новым, что есть в них, с целью использования опыта, потому что лабораторные приемы в основном создаются практикой большого числа исследователей. В свою очередь следует также поделиться с товарищами теми приемами лабораторной практики, которые им неизвестны.

Одним из очень важных моментов в лабораторной, особенно аналитической, работе являются всякого рода расчеты, пересчеты и вычисления. Они отнимают много времени и требуют большого внимания, утомляя работающего. Для облегчения расчетной работы, особенно при часто повторяющихся анализах, составляют специальные таблицы, по которым находят нужные результаты. Вычисления также значительно упрощаются при пользовании номограммами. Номограммой называется графическое изображение зависимости между двумя или тремя величинами, например растворимостью, плотностью и температурой.

Точность отсчетов по номограмме зависит от величины делений чертежа.

Составление простых номограмм нетрудно, более же сложные требуют специальных расчетов *.

При работе с различными приборами и аппаратами необходимо хорошо знать их устройство. Нередко какой-либо прибор начинает плохо работать или ломается; в этом случае, прежде чем обратиться в соответствующую мастерскую, нужно самому осмотреть испортившийся прибор, постараться определить причину порчи и в случае незначительной поломки исправить ее. Если же сломалась какая-либо ответственная деталь, прибор нужно немедленно отдать в починку.

Необходимо взять за правило не загромождать лабораторию испорченными приборами и аппаратами, а сразу же их исправлять. В особенности это относится к электронагревательным приборам.

Полезно иметь специальную папку или тетрадь со схемами устройства и описанием по возможности всех приборов, имеющихся в лаборатории. Такие описания, обычно содержащие и схемы, можно получить от заводов, изготовляющих данный прибор или аппарат. Если имеется описание на иностранном языке, следует сделать перевод его.

Некоторые молодые химики, особенно начинающие, иногда пренебрежительно относятся к мерам техники безопасности, соблюдение которых необходимо при всех работах в химической лаборатории. Такое отношение опасно не только для самого работающего, но и для соседей по работе. Никогда не нужно пренебрегать теми мерами охраны труда, которые являются обязательным для данного рода работы.

Работа в лаборатории требует тишины. Всякий шум, громкие разговоры, не относящиеся к делу, отвлекают внимание работающего и могут привести к ошибкам, особенно при расчетах. Поэтому всегда следует требовать, чтобы в лаборатории было тихо.

---

* По номографии существует обширная литература. В качестве примера составления номограмм и пользования ими следует указать на статью К и р е е в а В. А. «Номограмма для пересчета состава смесей и растворов». ЖХП. № 3. 62. (1934).

Каждый работающий в лаборатории должен иметь халат; он предохраняет от порчи и загрязнения одежду. Там, где работа связана с возможностью загрязнения, лучше иметь темные халаты, а где работа чистая, например в аналитических лабораториях, рекомендуется иметь белые халаты.

Наиболее удобны халаты, у которых имеются пристегивающиеся на пуговицах налокотники. В этом случае рукав делают до локтя, а налокотники пристегивают к короткому рукаву. Когда нужно, налокотники можно отстегнуть.

Имеет значение сорт ткани, применяемой для пошива халатов. Наиболее желательны халаты из сатина и молескина.

Каждый работающий должен иметь два полотенца: одно, предназначенное для постоянного пользования и находящееся всегда под рукой, другое — исключительно для чистых работ, например для вытирания бюксов перед взвешиванием, вымытых пипеток, колб и т. п.

При проведении некоторых работ в лабораториях применяют фартуки или передники из поливинилхлорида или полиэтилена. Из этих же материалов делают косынки, очень удобные при работе, например, с твердыми щелочами, пылящими реактивами или материалами.

Нужно иметь также резиновые перчатки для работы с веществами, которые могут вредно действовать на кожу.

Наготове должны быть предохранительные очки и противогазы.

Чрезвычайно важное значение для лабораторий, в которых проводят массовые однотипные анализы (в центральных контрольно-аналитических лабораториях фабрик и заводов, научно-исследовательских лабораториях и институтах и т. д.), имеет строгая организация работы по принципу: аппаратура стоит — человек движется. Это — своего рода конвейер, когда для каждой операции отводится свое место или свой стол. Например, в контрольно-аналитических лабораториях предприятий возможен такой порядок:

1) стол подготовительных операций для документации образцов, поступающих на анализ;
2) стол документации;
3) стол измельчения и средних проб;
4) стол растворения;
5) стол фильтрования и т. д.

Также должны быть отдельные стационарные установки специального назначения, например установка для определения азота по Кьельдалю, для отгонки аммиака и т. д. Для таких стационарных установок отводится постоянное место, которое нельзя занимать чем-либо другим.

Требования к точности проведения разного рода лабораторных работ повышаются с каждым годом. Поэтому очень большое значение приобретают механизация многих приемов техники лабораторных работ и автоматизация, особенно при использовании разного рода приборов. На вопросы механизации и автоматизации при работе в химических лабораториях следует обращать самое серьезное внимание.

В конце каждой главы этой книги имеется раздел «Рекомендуемая литература». В этом разделе даются ссылки на оригинальные работы, часто затрагивающие вопросы автоматики того или иного процесса.

Каждому исследователю, особенно молодому, необходимо очень внимательно следить за литературой по интересующему его вопросу. Обязательно нужно систематически просматривать, кроме специальных научных журналов, также «Реферативный журнал. Химия», издаваемый ВНИИ информации АН СССР. Если какой-либо реферат статьи покажется особенно интересным, можно выписать наложенным платежом фотокопию интересующей статьи по адресу: Люберцы — 6, Московская обл., Октябрьский пр., д. 403, Производственно-издательский комбинат ВИНИТИ.

При работе в лаборатории необходимо соблюдать следующие правила.

1. *Рационально строить свою работу.*
2. *Все работы вести точно и аккуратно.*
3. *Работать следует быстро*, но *без спешки*, которая неизбежно приводит к порче поставленного опыта.
4. *Соблюдать все меры предосторожности* при работе с ядовитыми, взрывоопасными и огнеопасными веществами.

О РЕАКТИВАХ И ОБРАЩЕНИИ С НИМИ

Работа в химической лаборатории неразрывно связана с применением различных реактивов, поэтому каждая лаборатория обязательно имеет определенный запас их.

По своему назначению реактивы могут быть разделены на две основные группы: общеупотребительные и специальные.

Общеупотребительные реактивы имеются в любой лаборатории, и к ним относится сравнительно небольшая группа химических веществ: кислоты (соляная, азотная и серная), щелочи (раствор аммиака, едкие натр и кали), окиси кальция и бария, ряд солей, преимущественно неорганических, индикаторы (фенолфталеин, метиловый оранжевый и др.).

Специальные реактивы применяются только для определенных работ.

По чистоте реактивы делятся на химически чистые (х. ч.), чистые для анализа (ч. д. а.), чистые (ч.).

Кроме того, имеются реактивы кондиций: технический (техн.), очищенный (оч.), особой чистоты (ос. ч.), высшей очистки (в. оч.) и спектрально чистый (сп. ч.).

Для реактивов каждой из этих категорий установлено определенное допустимое содержание примесей.

Наиболее употребительные реактивы, расход которых может быть значительным, особенно на крупных предприятиях, покупаются в крупной расфасовке, в банках или бутылях, содержащих иногда по нескольку килограммов вещества.

Мало употребительные и редкие реактивы обычно имеют мелкую расфасовку от 10 до 1 *г* и даже мельче.

Наиболее дорогие и редкие реактивы, как правило, хранят отдельно.

Работающие в лаборатории должны знать основные свойства применяемых ими реактивов, особенно же степень их ядовитости и способность к образованию взрывоопасных и огнеопасных смесей с другими реактивами.

С целью экономии реактивов (особенно наиболее ценных) приготовлять растворы нужно в таком количестве, какое необходимо для работы. Приготовление избытка раствора — бесполезная трата реактива. Раствор, стоящий без употребления, обычно портится, кроме того, бутыли, содержащие ненужные растворы, загромождают лабораторию.

Твердые реактивы при хранении в банках могут слежаться в плотные комки, которые трудно извлекать. Поэтому прежде чем брать твердый реактив из банки, нужно (при закрытой пробке) потрясти банку, ударяя ее, например, ладонью по боку. Если слежавшийся реактив при этом не рассыпается, тогда, открыв пробку, разрыхляют верхний слой при помощи чистого рогового или фарфорового

шпателя или стеклянной палочки. Металлический шпатель применять для этой цели не рекомендуется.

Перед взятием реактива из банки нужно осмотреть ее горло и удалить с него все, что может попасть в пересыпаемое вещество и загрязнить его (пыль, парафин, всякие замазки и пр.). Очень удобно брать реактивы из банки при помощи фарфоровой ложки, фарфорового шпателя или же пересыпать их через воронку для порошков (рис. 1). Воронку вставляют в горло банки, в которую пересыпают то или иное вещество; этой же воронкой можно пользоваться при переливании очень густых, вязких жидкостей.

Воронки для порошков бывают нескольких размеров, с диаметром широкой части от 50 до 200 *мм* и с диаметром конца от 20 до 38 *мм* при высоте от 55 до 180 *мм*.

Просыпавшийся на стол реактив (неизбежно при этом загрязняющийся) нельзя высыпать обратно в ту же банку, где он хранится. Забота о сохранении чистоты реактивов — самое главное правило при работе с ними.

Если в банке остается очень мало реактива, остатки следует пересыпать в более мелкую тару — это освободит место в шкафу и сократит потери при взятии реактива.

Необходимо следить, чтобы на всех банках с реактивами обязательно были или этикетки с обозначением, что находится в банке, или надписи, сделанные восковым карандашом для стекла. Место, на котором будет надпись, нужно слегка подогреть хотя бы ладонью руки. По нагретому месту восковой карандаш пишет легче и надпись получается заметнее. Если на банке с реактивом нет этикетки или надписи, такой реактив применять нельзя. В подобном случае нужно установить точно, что находится в банке, так как ошибки могут привести к серьезным последствиям.

Особую осторожность нужно проявлять при обращении с ядовитыми веществами (см. гл. 18 «Работа с вредными и ядовитыми веществами»).

Перед тем как насыпать реактив в банку, ее нужно хорошо вымыть и высушить, предварительно подобрав к ней пробку. В непросушенные банки пересыпать реактив нельзя.

При взвешивании сухих реактивов нельзя насыпать их прямо на чашку весов, так как при этом возможна порча весов (см. гл. 5 «Весы и взвешивание»).

При хранении гигроскопических веществ или таких, которые могут изменяться при соприкосновении с воздухом, банки должны быть герметизированы, для этого пробки их заливают парафином, менделеевской замазкой или сургучом.

При обращении с реактивами, хранящимися в стеклянной таре большой емкости, требуется особая осторожность, так как эту тару очень легко разбить. При «заедании» стеклянных пробок склянку с реактивом открывают одним из способов, указанных в гл. 3 «Пробки и обращение с ними».

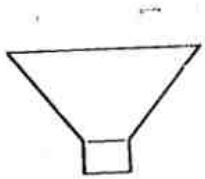


Рис. 1. Воронка для порошков.



Рис. 2. Сифонирование жидкости из ампулы.

Некоторые реактивы продаются и сохраняются в запаянных ампулах разного размера. Такую ампулу вскрывают следующим образом. На расстоянии 1 *см* от конца оттянутой части ампулы очень осторожно делают царапину напильником или специальным ножом. Полезно место надреза предварительно смочить водой. Когда надрез сделан, обтирают оттянутый конец ампулы чистой ватой и, держа ампулу в левой руке так, чтобы открываемый конец ее был направлен в сторону от работающего и от соседей, правой рукой отламывают надрезанную часть быстрым рывком. Если оттянутый конец имеет сравнительно толстые стенки, к царапине нужно прикоснуться раскаленным докрасна концом оттянутой стеклянной палочки или же раскаленной железной проволокой.

Когда в ампуле находится жидкость, нужно быть особенно осторожным при вскрывании; при отламывании кончика ампулу нельзя перевертывать или сильно наклонять. Если после взятия реактива часть его остается в ампуле, последнюю нужно снова запаять на паяльной горелке.

Вылить из ампулы немного жидкости (0,5—1 *см*^{3}) бывает очень трудно. Чтобы добиться этого, можно пользоваться сифоном из тонко вытянутого стеклянного капилляра диаметром около 0,2—0,25 *мм*. У ампулы отрезают кончик и в нее погружают капилляр, как показано на рис. 2. Жидкость, поднимаясь по трубке капилляра, вытекает из нее каплями.

Обращаться с ампулами следует очень осторожно; их лучше всего хранить в картонных коробках завернутыми в гофрированный картон или же переложенными чем-либо мягким.

Реактивы, изменяющиеся под действием света, хранят в желтых или темных склянках, иногда вставленных в картонную коробку.

Реактивы, которые нельзя хранить в стеклянной таре, помещают в тару из материалов, устойчивых к действию данного реактива. Например, раствор фтористоводородной кислоты хранят в сосудах из чистого парафина, церезина, эбонита или полиэтилена. Однако парафиновые и церезиновые бутыли имеют ряд недостатков: они не термостойки, обладают малой механической прочностью, хрупки на холоду, непрозрачны и т. д. Для хранения фтористоводородной кислоты в основном применяют бутыли из полиэтилена.

Иногда парафином покрывают внутреннюю поверхность стеклянных бутылей и склянок. Так, пергидроль (30%-ный раствор перекиси водорода) и растворы щелочей лучше всего хранить именно в таких бутылях.

Некоторые реактивы при продолжительном хранении изменяются или даже разлагаются, например анилин при хранении желтеет. Такие реактивы перед употреблением следует очистить или перегонкой, или фильтрованием через адсорбенты (активированный уголь, силикагель, отбеливающие земли и т. д.), или другими приемами, в зависимости от свойств вещества.

Некоторые реактивы обладают способностью самовоспламеняться, к ним относятся белый или желтый фосфор, пирофорные металлы, металлорганические соединения (например, этилат алюминия). К *огнеопасным реактивам*, хранение которых требует особых условий, относятся эфиры (диэтиловый, амиловый и др.), спирты (метиловый, этиловый, бутиловый и др.), углеводороды (бензин, газолин, петролейный эфир, керосин и др.), ароматические сое-

динения (бензол, толуол, ксилол), сероуглерод, ацетон и др.

Нельзя совместно хранить реактивы, способные при взаимодействии возгораться или выделять большое количество тепла. Например, металлические натрий, калий и литий, а также перекись натрия и белый фосфор нельзя хранить с огнеопасными веществами; металлические натрий,

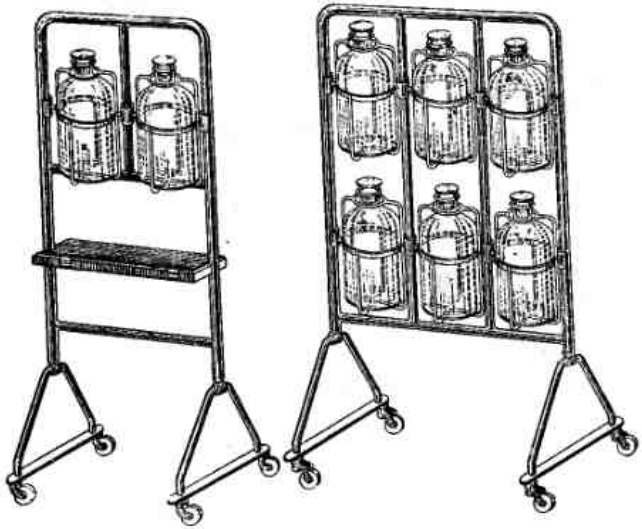


Рис. 3. Стояки для бутылей, металлические.

калий, литий и кальций, а также фосфор — с элементарными бромом и иодом.

Бертолетову соль, марганцевокислый калий, перекись натрия, перекись водорода, концентрированную хлорную кислоту и другие окислители нельзя хранить вместе с восстановителями — углем, серой, крахмалом, фосфором и др.

Самовоспламеняющиеся и огнеопасные вещества следует хранить только в соответствующей таре.

Совершенно недопустимо смешивать и растирать бертолетову соль, марганцевокислый калий, перекись натрия и другие окислители с органическими веществами. Очень осторожно следует обращаться с *хлорной кислотой*, так как пары ее *взрываются* при соприкосновении с органическими веществами и легко окисляющимися соединениями, например с солями трехвалентной сурьмы и др. *Соли хлорной кислоты* также способны *взрываться*, иногда даже без видимой причины. Все эти вещества требуют особых усло-

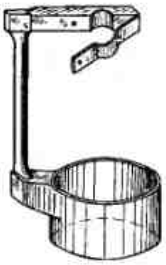


Рис. 4. Приспособление для наклонения крупных бутылей.

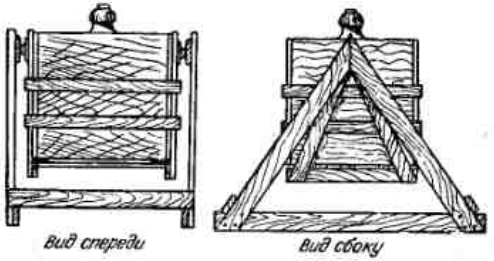


Рис. 5. Деревянный стояк для крупных бутылей.

вий хранения. В лаборатории не должно быть большого запаса таких веществ.

Взрывоопасны также *ацетилениды серебра* и *меди*, *азиды тяжелых металлов*, соли гремучей кислоты, некоторые нитросоединения и др.

Не следует путать пробки от склянок, содержащих разные реактивы, во избежание загрязнения последних.

При переливании жидкостей из больших бутылей возможно, особенно при небрежной работе, проливание жидкости и попадание ее на одежду и руки. Поэтому в лаборатории или на складе нужно обязательно иметь специальные металлические стояки (рис. 3), которые дают возможность легко наклонять бутыли. Для наклонения бутылей емкостью 5—15 *л* удобен стояк, изображенный на рис. 4.



Рис. 6. Насадка на бутыли для переливания жидкостей.

Приспособление из дерева (рис. 5) для бутылей емкостью 20 *л* и больше может быть изготовлено в любой столярной мастерской. Для переливания жидкостей удобно применять насадки (рис. 6) на горло больших бутылей. Для этой же цели применяют сифоны (см. стр. 62).

При переливании жидкостей нужно обязательно пользоваться воронками.

О реактивах * и обращении с ними надо помнить следующее:

1. *Реактивы необходимо предохранять от загрязнения.*
2. *Реактивы следует расходовать экономно.*
3. *На всех склянках с реактивами всегда должны быть этикетки* с указанием названия реактива и степени его чистоты.
4. *Реактивы, изменяющиеся под действием света, следует хранить только в желтых или темных склянках.*
5. *Особую осторожность следует соблюдать при обращении с ядовитыми, огнеопасными или вредными веществами, с концентрированными кислотами и щелочами.*
6. *С огнеопасными реактивами следует работать вдали от огня и включенных нагревательных приборов.*

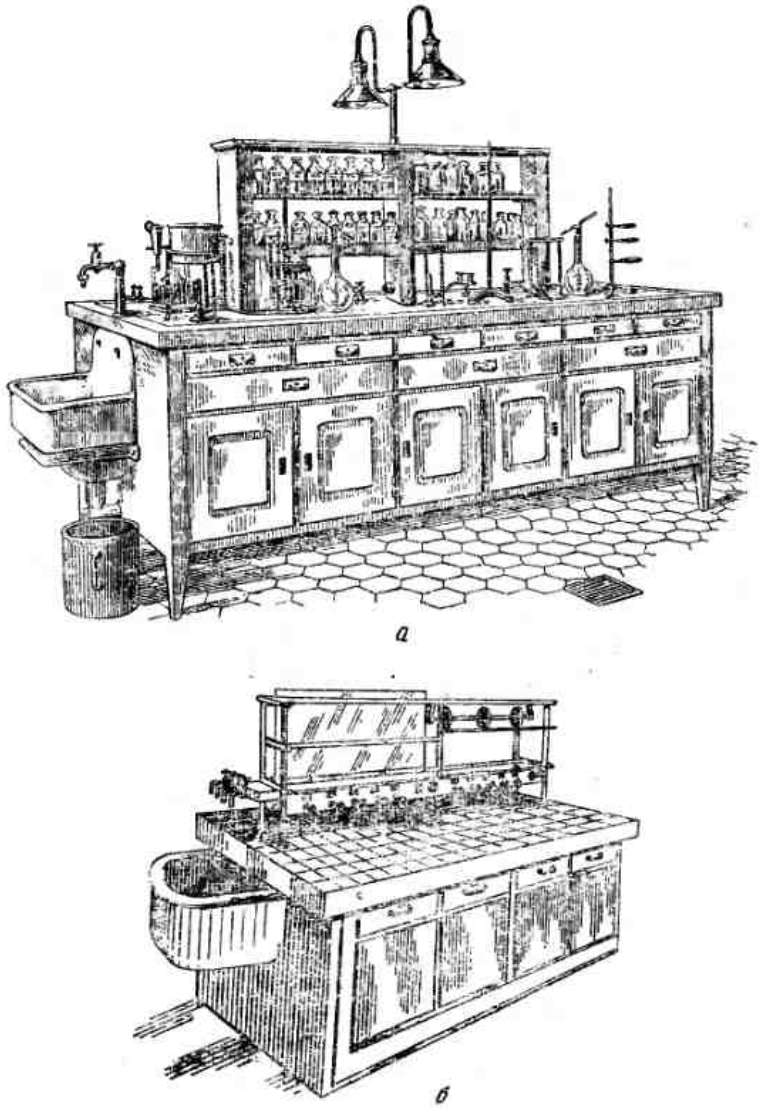
ЛАБОРАТОРНЫЙ РАБОЧИЙ СТОЛ

В лабораториях все работы проводятся на рабочих столах. Рабочий стол необходимо содержать в полной чистоте и не загромождать лишними, ненужными в данный момент приборами, посудой и т. д.

Если лабораторные столы покрыты линолеумом, необходимо следить, чтобы на него не попадали ни кислоты, ни щелочи, так как и те и другие разрушают его. Под склянки с едкими веществами (концентрированные кислоты и особенно щелочи) кладут оконное или зеркальное стекло или же подставляют специальные плошки. Если лабораторные столы не покрыты линолеумом, то деревянную крышку стола покрывают особыми составами, предохраняющими дерево от порчи (см. гл. 26).

Не рекомендуется покрывать столы кафельными плитами, так как посуда на них легко бьется. Очень рискованно также ставить на них нагретую посуду.

Хорошим инертным покрытием для лабораторных столов являются листы из пластиков и асбовиниловые плиты.



а

б

Рис. 7. Рабочие лабораторные столы.

* О реактивах см. Карякин Ю. В., Ангелов И. И., Чистые химические реактивы, Госхимиздат, 1956; Химические реактивы и препараты (справочник), Коллектив авторов под ред. В. И. Кузнецова, Госхимиздат, 1953; Сборники технических условий на реактивы и препараты для лабораторных работ (неорганические и органические реактивы и препараты), Госхимиздат, 1961.

Пластины из фторопласта наиболее устойчивы к действию кислот и щелочей, но могут набухать или растворяться (кроме фторопласта-4) при действии некоторых органических растворителей. Недостатком таких покрытий, так же как и покрытий из линолеума, является их малая термостойкость. Они выдерживают нагревание до 200 ± 50 ° С.

Конструкции лабораторных столов (рис. 7) зависят от характера работы в лаборатории. На рис. 7, *а* показана одна из наиболее удачных конструкций лабораторного стола, пригодного для исследовательских и аналитических лабораторий; распространены также столы и других конструкций.

Стол, изображенный на рис. 7, *б*, интересен тем, что все коммуникации сосредоточены в его верхней части, над сливным желобом. Подобный стол очень удобен для лабораторий органического синтеза и аналитических.

Используют также сборные лабораторные столы, состоящие из отдельных частей. Это позволяет приспосабливать их к любому помещению, отведенному под лабораторию.

Лабораторные столы наиболее удобно располагать у стен.

Посуду, находящуюся в столе, нужно размещать в строгом порядке.

Ящики лабораторного стола следует распределить так, чтобы в одних лежали металлические, а в других — стеклянные предметы.

Один из маленьких ящиков (если они имеются) следует приспособить под пробки, другой — под термометры и ареометры, причем на дно такого ящика нужно положить вату или другой мягкий материал. На дно всех ящиков следует класть чистую белую бумагу, меняя ее по мере загрязнения.

Часто употребляемые предметы или инструменты должны находиться ближе к рабочему месту, редко употребляемые — дальше от него.

Когда миновала надобность в каком-либо взятом предмете, прежде всего следует привести его в порядок (вычистить) и затем немедленно положить на свое место в ящик.

Все ящики должны быть снабжены замками с соответственно помеченными ключами; в одном из ящиков на боковой стенке можно набить небольшие гвоздики, на которые вешают ключи в определенном порядке.

Нужно помнить следующие правила содержания лабораторного стола.

1. *Не надо загромождать стол.*
2. *Стол нужно содержать в чистоте.*
3. *В ящиках стола всегда должен быть порядок.*
4. По окончании работы, прежде чем уйти из лаборатории, необходимо привести в порядок лабораторный стол.

ДИСТИЛЛИРОВАННАЯ И ДЕМИНЕРАЛИЗОВАННАЯ ВОДА

Дистиллированную (деминерализованную) воду в химических лабораториях применяют для многих целей: для приготовления растворов, споласкивания посуды после мытья и т. д.

Получение дистиллированной воды

Дистиллированной называют воду, почти не содержащую неорганических и органических веществ, получаемую путем перегонки водопроводной воды, т. е. воду превращают в пар и конденсируют.

Для получения дистиллированной воды существуют перегонные кубы различной величины и производительности.

Перегнанную воду собирают в стеклянные бутыли, причем трубку (конец холодильника) вставляют в горло бутыли, уплотняя ватой. Это предохраняет воду от попадания в нее пыли.

Для лабораторий, расходующих сравнительно небольшое количество дистиллированной воды, очень удобен автоматически действующий электрический перегонный куб ПК-2. Схема этого аппарата показана на рис. 8. Перегонный куб состоит из камеры испарения *11*, с вмонтированным в ее дно электронагревателем *15*, конденсатора пара *1* и устройства для автоматического наполнения камеры водой или уравнителя, *10*. Избыток воды выливается через резиновую трубку, надетую на ниппель *17*. Эту теплую воду можно использовать для мытья посуды.

Через ниппель *3* по резиновой трубке вода из водопровода непрерывно поступает в рубашку конденсатора *1*, где она подогревается, а затем через уравнитель попадает

в камеру *11*. Пары воды через патрубок *5* поступают в конденсатор *1*, и образующийся конденсат стекает через ниппель *4* по резиновой трубке в приемник для дистиллированной воды. Чтобы предотвратить повышение давления пара в конденсаторе, в корпусе последнего сделано отверстие *2* для выхода избыточного пара.

Прибор включают в электрическую сеть с помощью провода, выходящего через втулку *14* кожуха *12*. На последнем имеется клемма заземления *13*.

Электронагреватель необходимо периодически очищать механическим путем от накипи. Чем больше жесткость водопроводной воды, тем чаще следует проводить очистку.

Производительность перегонного куба ПК-2 достигает 4—5 *л/ч*; мощность электронагревателя 3,5—4 *квт*.

В настоящее время промышленность выпускает более усовершенствованные перегонные аппараты Д-1 (рис. 9). Аппарат Д-1 отличается от описанного выше конструкцией нагревательного элемента и уравнителя. Производительность аппарата — около 5 *л/ч*.

Дистиллированная вода всегда содержит незначительные примеси посторонних веществ, попадающих в нее или из воздуха в виде пыли, или вследствие выщелачивания стекла посуды, в которой хранится вода, или в виде следов металла трубки холодильника.

Кроме того, вместе с парами воды в приемник попадают растворенные в воде газы (аммиак, двуокись углерода), а также некоторые летучие органические соединения, которые могут присутствовать в воде, и, наконец, соли, которые попадают в дистиллят вместе с мельчайшими капельками воды, уносимыми паром.

Для некоторых аналитических работ недопустимо присутствие в дистиллированной воде следов металлов. Для удаления их предложен способ * обработки дистиллированной воды активированным углем. На 1 *л* дистиллированной воды прибавляют 1 каплю 2,5%-ного очищенного раствора аммиака и 0,4—0,5 *г* активированного угля БАУ, измельченного до зерен диаметром 0,15—0,20 *мм*. Воду встряхивают с углем, затем дают отстояться и несколько раз снова встряхивают, дают постоять не больше 5 *мин*,

* Мединковская Е. П., Далматова Т. В., Суворова Е. Р., Бюлл. научн.-техн. информации МГ и ОН СССР, № 5 (1957).

после чего отфильтровывают через беззольный фильтр. Первые 200—250 *мл* фильтрата отбрасывают. Полученный фильтрат проверяют на тот ион, который будут определять.

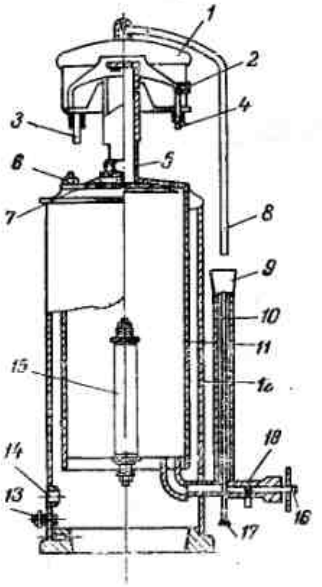


Рис. 8. Принципиальная схема перегонного куба ПК-2 для получения дистиллированной воды:

1 — конденсатор; *2* — отверстие для выхода избыточного пара; *3* — ниппель для соединения с линией водопровода; *4* — ниппель для спуска дистиллированной воды; *5* — патрубок, через который пар поступает в конденсатор; *6* — гайка; *7* — фланец; *8* — сливная труба; *9* — воронка уравнителя; *10* — уравнитель; *11* — камера испарения; *12* — металлический кожух; *13* — клемма заземления; *14* — втулка для ввода провода; *15* — электронагреватель; *16* — кран для выпуска воды из камеры испарения; *17* — ниппель для спуска воды из уравнителя; *18* — крестовина уравнителя.

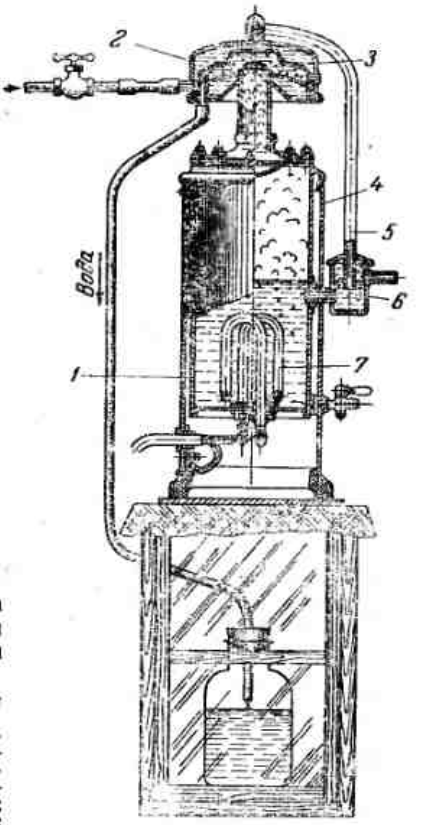


Рис. 9. Перегонный аппарат Д-1:

1 — испаритель; *2* — конденсатор пара; *3* — камера конденсатора; *4* — стальной кожух; *5* — сливная труба; *6* — уравнитель для автоматического наполнения испарителя водой; *7* — электронагревательные элементы.

Однако и такую воду полезно дополнительно очистить обработкой ее раствором дитизона. Для этого в большую делительную воронку до половины ее наливают дистилли-

рованную воду, добавляют в среднем около 10% от объема взятой воды 0,001%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде и, плотно закрыв воронку, хорошо встряхивают ее в течение нескольких минут. Дают жидкости отстояться, сливают окрашенный раствор дитизона, добавляют такое же количество свежего раствора его, снова встряхивают и повторяют экстракцию до тех пор, пока раствор дитизона не перестанет изменять свой цвет, т. е. будет оставаться зеленым. Когда это будет достигнуто, к воде добавляют чистый четыреххлористый углерод и основательно встряхивают для удаления из воды растворившегося в ней дитизона.

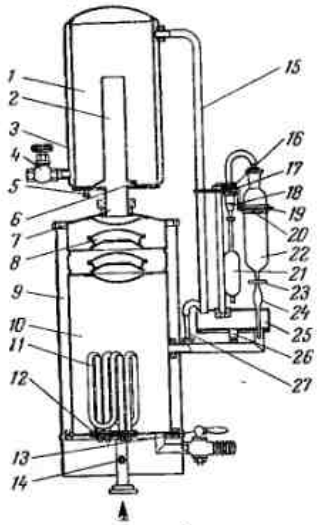


Рис. 10. Аппарат АА-1 для получения апирогенной воды:
1 — конденсатор; *2* — камера для воды; *3* — конденсационная камера; *4* — вентиль; *5* — ниппель; *6* — предохранительная щель; *7* — паровая труба; *8* — уловитель; *9* — кожух; *10* — камера испарения; *11* — электронагреватель; *12* — дно; *13* — спускной кран; *14* — болт заземления; *15* — сливная трубка; *16* — винт дозатора; *17* — контргайка; *18* — дозатор; *19* — кронштейн; *20* — кольцо резиновое; *21* — фильтр; *22* — сосуд стеклянный; *23* — зажим; *24* — капельница; *25* — сборник-уравнитель; *26* — штуцер; *27* — водоуказательное стекло.

Чтобы очистить дистиллированную воду от органических веществ, ее подвергают вторичной перегонке, добавляя в воду немного (~0,1 *г/л*) марганцевокислого калия и несколько капель серной кислоты. Такую воду, не содержащую следов органических веществ, называют *апирогенной*. Для получения ее применяют аппарат АА-1 (модель 795). Этот аппарат мощностью — 8 *квт* рассчитан на напряжение 220 *в* и имеет производительность 10 *л/ч* (рис. 10). Другой такой же дистиллятор *, но мощностью 18 *квт* имеет производительность 20 *л/ч*.

* Оба прибора выпускает Ленинградское производственное объединение «Красногвардеец» (Ленинград, П-22, Инструментальная ул., д. 3).

Получаемая при помощи этих аппаратов вода отвечает требованиям Государственной фармакопеи. В качестве химических реагентов для очистки воды используются: марганцевокислый калий х. ч., алюмокалиевые квасцы х. ч. и Na_2HPO_4 фармакопейный или ч. д. а. Растворы этих реактивов автоматически поступают в перегоняемую воду строго по расчету, приведенному в описании, которое прилагается к аппаратам.

Для задержания солей перегонный аппарат следует снабдить насадкой Кьельдаля или так называемой «чешской» насадкой, которая надежнее насадки Кьельдаля.

Когда нужна очень чистая вода, принимают особые меры, предупреждающие попадание в воду каких-либо примесей, например используют серебряный или кварцевый холодильник. Приемник (также кварцевый или посеребренный, или из специальных сортов стекла, не подвергающихся выщелачиванию) закрывают хлоркальциевой трубкой, наполненной соответствующим поглотителем, чтобы воспрепятствовать попаданию в перегнанную воду аммиака, двуокиси углерода, сероводорода и других примесей. Приемник можно также закрыть клапаном Бунзена (см. стр. 65), что является вполне достаточной мерой предосторожности от попадания из воздуха примесей во время перегонки. Само собой понятно, что примеси, летучие с водяным паром, должны быть предварительно удалены из воды (газы — кипячением, органические вещества — окислением и т. д.).

Очень удобен также самодействующий аппарат с качающимся держателем (по Штадлеру) для получения дистиллированной воды (рис. 11). Он состоит из колбы емкостью 1,5 *л* с встроенным распределителем и холодильника. Аппарат укреплен на штативе, снабженном качающимся держателем. Вода подается в холодильник, подогревается в нем и поступает в распределитель. Когда колба в результате испарения воды становится легче, аппарат автоматически поворачивает ее таким образом, что нагретая вода из распределителя поступает в колбу и восстанавливает там прежний уровень. Избыток воды спускается в сток. Открытая трубка в верхней части распределителя служит только для выравнивания давления внутри колбы с атмосферным. На нижнем конце холодильника находится защитная воронка, предохраняющая от попадания загрязнений в приемник для дистиллированной воды

Эти аппараты бывают двух типов: с электрическим обогревом и с газовым. Для хорошей работы аппарата нужно, чтобы через холодильник проходило 25—30 *л* воды в 1 *ч*. Качество получаемой воды — довольно высокое. При пере-

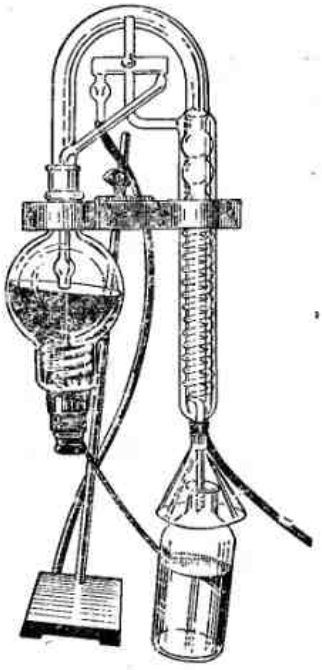


Рис. 11. Аппарат с качающимся держателем для получения дистиллированной воды.

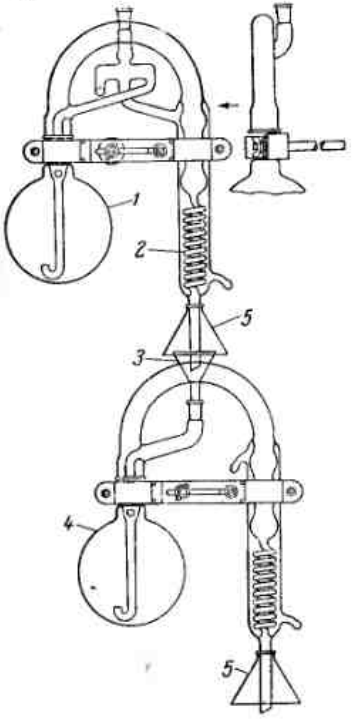


Рис. 12. Установка для получения бидистиллята:

1 — колба для перегоняемой водопроводной воды; *2* — холодильник; *3* — воронка; *4* — колба для испарения дистиллята; *5* — защитные воронки.

гонке воды рекомендуется добавлять в колбу немного перманганата калия и талька.

Для получения бидистиллята применяют специальные установки, обеспечивающие высокое качество получаемой воды. Одна из таких установок показана на рис. 12. Колбу *1* емкостью 1,5 *л* нагревают или при помощи электричества, или газовой горелкой. Вода в колбу поступает непрерывно из рубашки холодильника *2*. Подачу воды следует отрегулировать так, чтобы компенсировать испарившуюся воду. Колба при этом должна быть заполнена приблизительно на две трети. Сконденсированная вода из холодильника стекает через воронку *3* в колбу *4*. Для предупреждения попадания загрязнений над воронкой *3* укрепляют защитную воронку *5*, имеющую несколько больший диаметр, чем воронка *3*.

Когда в колбе *4* накопится около 1 *л* дистиллированной воды, начинают обогрев этой колбы и собирают бидистиллят в специальный приемник. Нужно заботиться, чтобы в него не попадала пыль, для чего в приемник для бидистиллята вставляют через ватную или другую пробку воронку небольшого размера, а над ней—защитную воронку *5*.

Чтобы предупредить поглощение бидистиллятом двуокиси углерода, аммиака и других растворимых в воде летучих примесей из воздуха, приемник для бидистиллята можно оборудовать специальными поглотительными приборами (типа хлоркальциевых трубок). Внутреннюю поверхность приемника необходимо покрыть тонким слоем парафина или иного инертного покрытия.

Все приспособление укрепляют на железном штативе, соответствующим образом оборудованном. Крепление колбы и холодильника показано на рис. 12 справа.

Нужно помнить, что дважды перегнанная дистиллированная вода (так называемый бидистиллят) нужна не всегда, а только для особо точных работ. В огромном большинстве случаев в лаборатории применяют обычную дистиллированную воду, вполне удовлетворяющую требованиям по чистоте.

Качество каждой вновь поступающей в лабораторию партии дистиллированной воды (а также стоявшей длительное время в лаборатории) следует контролировать, определяя pH и солевой состав.

Для определения pH воды около 25 *мл* ее наливают в чистый стакан и добавляют несколько капель метилового оранжевого. Чистая вода нейтральна, и поэтому окраска индикатора в ней должна быть желтой; прибавление одной капли 0,04 н. раствора серной или соляной кислоты должно вызвать появление розового оттенка.

Для испытания на примеси небольшое количество воды (достаточно 5—10 капель) выпаривают на платиновой пластинке, в крайнем же случае — на чистом часовом стекле.

Чистая вода после выпаривания не должна давать остатка, в противном случае на пластинке остается небольшой налет.

О качестве дистиллированной или деминерализованной воды судят также по электропроводности. Удельное сопротивление хорошей дистиллированной воды должно быть не меньше $5 \cdot 10^5$ $ом^{-1} \cdot см^{-1}$.

Нужно взять за правило не закрывать бутыли с запасом дистиллированной воды необработанными корковыми

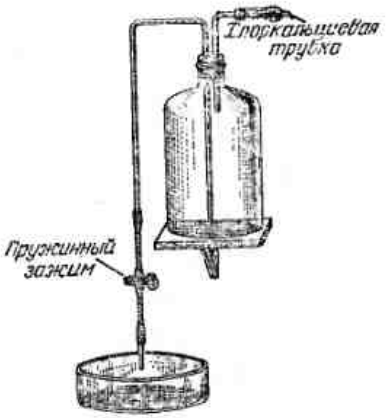


Рис. 13. Бутыль, оборудованная для хранения дистиллированной воды.

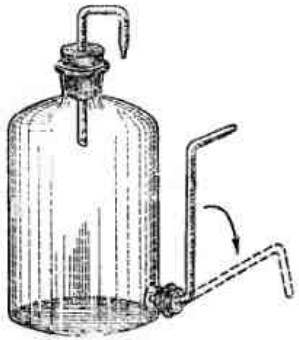


Рис. 14. Бутыль с тубусом для хранения дистиллированной воды.

или резиновыми пробками (см. стр. 179); лучше всего такие бутыли закрывать стеклянными притертыми пробками.

Для хранения дистиллированной воды рекомендуется оборудовать соответствующим образом бутыль (рис. 13). Хлоркальциевую трубку (см. стр. 85) заполняют натронной известью и ватой.

Очень удобно также пользоваться бутылью с тубусом около дна (рис. 14). Тубус прочно закрывают резиновой пробкой, в середине которой просверлено отверстие для коленчатой трубки. При заполнении бутыли водой коленчатая трубка должна быть в вертикальном положении. Чтобы взять воду, коленчатую трубку наклоняют в сторону ее открытого конца, а затем снова приводят в исходное

положение. Это приспособление дает возможность работать аккуратно и предохраняет воду от загрязнения.

Продолжительное хранение дистиллированной воды в стеклянной посуде, даже из хорошего химически стойкого стекла, всегда приводит к ее загрязнению продуктами выщелачивания стекла. Поэтому дистиллированную воду долго хранить нельзя и лучше держать ее в старых бутылях, уже не один раз использовавшихся для этой цели и достаточно выщелоченных. Для особо ответственных работ (например, приготовление цветных стандартов, титрованных растворов, проведение некоторых колориметрических определений и т. д.) следует брать только свежеперегнанную воду или даже бидистиллят. Например, для приготовления раствора серноватистокислого натрия нельзя применять воду, получаемую из перегонного аппарата с медным нелуженым холодильником. Такую воду нужно перегнать еще раз, избегая попадания даже следов меди, так как медь может каталитически ускорить разложение соли.

При приготовлении растворов щелочей стремятся освободить воду от CO_2. Для этого или пропускают через воду в течение нескольких часов воздух, освобожденный от CO_2, или же воду кипятят. В последнем случае еще горячую воду переливают в сосуд, в котором будут готовить раствор, и закрывают его пробкой, снабженной хлоркальциевой трубкой, чтобы избежать попадания CO_2 из воздуха.

Для хранения дистиллированной воды так, чтобы она не поглощала CO_2 из воздуха, можно использовать колбу, оборудованную, как показано на рис. 15. В резиновую пробку с двумя отверстиями вставляют в одно отверстие хлоркальциевую трубку, заполненную аскаритом, во вторую — сливную трубку, загнутую П-образно. На наружный конец сливной трубки насаживают резиновую трубку с пружинным зажимом. Дистиллированную или деминерализованную воду нужно предварительно прокипятить в этой же колбе не менее 30 *мин*. После окончания кипячения закрывают колбу обычной пробкой, дают воде немного остыть и затем плотно закрывают колбу с еще теплой водой резиновой пробкой, оборудованной так, как описано выше. Открыв зажим, через хлоркальциевую трубку вдувают в колбу воздух до тех пор, пока из сливной трубки не начнет вытекать вода. Тогда вдувание воздуха прекращают и опускают зажим Мора. Сливная трубка будет дей-

ствовать как сифон. Чтобы взять воду, достаточно лишь открыть зажим.

Иногда нужно получить воду, не содержащую аммиака. Для этого вначале к воде добавляют щелочь и марганцевокислый калий. При перегонке первые фракции отбрасывают и берут средние. Подкисляя и снова перегоняя их, получают дистиллированную воду, свободную от аммиака. Само собой разумеется, что приемник в этом случае нужно оборудовать так, чтобы защитить воду от поглощения аммиака из воздуха.

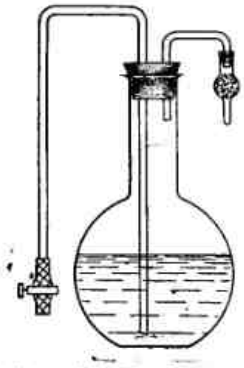


Рис. 15. Колба для хранения дистиллированной воды с защитой от поглощения двуокиси углерода.

Если воду нужно освободить от растворенного в ней кислорода, поступают следующим образом. Воду нагревают до 75—85° С и опускают в нее кусочки сплава Вуда. Когда последний расплавится, воду взбалтывают и перегоняют в условиях, предотвращающих попадание воздуха. Приемник можно оборудовать V-образной предохранительной трубкой, наполненной или щелочным раствором пирогаллола, или другим поглотителем кислорода, например очень тонкими палочками желтого фосфора. В последнем случае предохранительную трубку следует обернуть черной бумагой, чтобы защитить фосфор от действия света. Поглощение кислорода фосфором идет только при температуре не ниже 16—18° С.

Получение деминерализованной воды

Для получения чистой деминерализованной воды применяют так называемые ионитовые фильтры (рис. 16). Действие их основано на способности некоторых веществ избирательно связывать катионы или анионы солей. Водопроводную воду вначале пропускают через катионит, связывающий только катионы. В результате получается вода, имеющая кислую реакцию. Затем эту воду пропускают через анионит, связывающий только анионы. Вода, пропущенная через оба ионита, называется деминерализованной (т. е. не содержит минеральных солей).

По качеству деминерализованная вода не уступает дистиллированной и часто соответствует бидистилляту (см. стр. 34).

Иониты постепенно насыщаются и перестают действовать, однако их легко регенерировать, после чего они могут быть использованы вновь. Практически регенерацию можно проводить много раз и одним и тем же ионитом очистить большое количество воды. Ионитовые установки широко применяют не только для очистки и деминерализации воды в промышленности, но и в аналитических лабораториях вместо приборов для дистилляции воды.

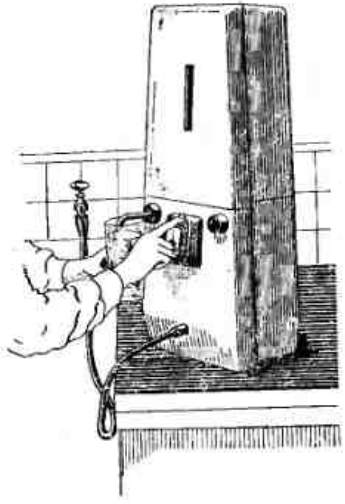


Рис. 16. Лабораторная установка для получения деминерализованной воды.

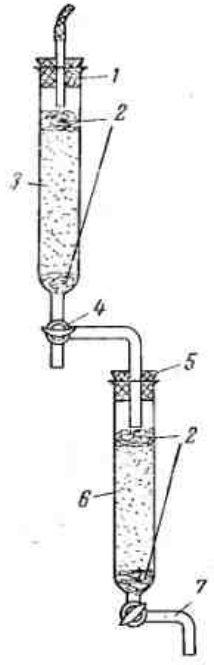


Рис. 17. Схема лабораторной установки для получения деминерализованной воды:

1 — пробка; *2* — стеклянная вата; *3* — катионит; *4*—трехходовой кран; *5* — пробка; *6* — анионит; *7* — сливная труба.

Для получения деминерализованной воды можно смонтировать установку, которая позволит получать по 20—25 *л/ч* воды. Установка (рис. 17) состоит из двух трубок (колонок) высотой по 70 *см* и диаметром около 5 *см*. Колонки могут быть стеклянными, кварцевыми, а еще луч-

ше — из прозрачных пластиков, например из плексигласа. В колонки помещают по 550 *г* ионообменных смол: в одну помещают катионит (в H^+-форме), а в другую — анионит (в OH^--форме). В пробке *1* колонки с катионитом *3* имеется отводная трубка, которую резиновой трубкой соединяют с водопроводным краном.

Воду, прошедшую через катионит, направляют во вторую колонку с анионитом. Скорость протекания воды через обе колонки должна быть не больше 450 *см³/мин*. В первых порциях воды, пропущенной через катионит, необходимо установить кислотность. Пробу воды отбирают через трехходовой кран *4*, соединяющий колонки. Предварительное установление кислотности воды необходимо для последующего контроля качества деминерализованной воды.

Поскольку иониты постепенно насыщаются, нужно контролировать работу установки. После того как через нее пропустят около 100 *л* воды или она проработает непрерывно в течение 3,5 *ч*, следует взять пробу воды, прошедшей через колонку с катионитом. Затем 25 *см³* этой воды титруют 0,1 н. раствором NaOH по метиловому оранжевому. Если кислотность воды резко уменьшилась по сравнению с результатом первой пробы, пропускание воды следует прекратить и провести регенерацию ионитов. Для регенерации катионита его высыпают из колонки в большую банку, заливают 5%-ным раствором HCl и оставляют в этом растворе на ночь. После этого кислоту сливают и катионит промывают дистиллированной или деминерализованной водой до тех пор, пока проба на Cl^--ионы в промывных водах не станет отрицательной. Пробу делают так: на часовое стекло помещают 2—3 капли промывной воды и добавляют к ней каплю 0,01 н. раствора $AgNO_3$. При отрицательной реакции муть не образуется.

Промытый катионит снова вводят в колонку. Анионит для регенерации высыпают в большую банку, заливают 2%-ным (0,5 н.) раствором NaOH и оставляют на ночь. Щелочь затем сливают, а анионит тщательно отмывают дистиллированной или деминерализованной водой до нейтральной реакции промывных вод при испытании фенолфталеином.

В лаборатории полезно иметь две такие установки: одна находится в работе, а другая — резервная. Пока регенерируют одну установку, другая — в работе.

Из ионообменных смол*, изготовляемых в СССР, в качестве катионитов можно использовать иониты марок КУ-2, СБС, СБСР, МСФ или СДВ-3.

Для получения особо чистой воды, по качеству превосходящей бидистиллят, рекомендуется применять иониты КУ-2 и ЭДЭ-10П **. Вначале иониты с зернением около 0,5 *мм* переводят соответственно в Н- и ОН-формы путем обработки КУ-2 1%-ным раствором соляной кислоты, а ЭДЭ—10П 3%-ным раствором едкого натра, после чего хорошо промывают. Затем их смешивают в объемном соотношении КУ-2: ЭДЭ-10П = 1,25 : 1 и смесь помещают в колонку из плексигласа диаметром около 50 *мм* и высотой 60—70 *см*.

Дно и верхняя пробка колонки должны быть также из плексигласа, водоподводящая и сточная трубки — из полиэтилена или же из алюминия.

Для получения особо чистой воды применяют обычную дистиллированную воду, которую пропускают через колонку со смесью ионитов. Один килограмм такой смеси может очистить до 1000 *л* дистиллированной воды. Очищенная вода должна иметь удельное сопротивление $1,5—2,4 \cdot 10^7$ *ом⁻¹·см⁻¹*. Эту смесь ионитов не рекомендуется применять для деминерализации водопроводной воды, так как иониты при этом быстро насыщаются. Когда удельное сопротивление очищенной воды начнет уменьшаться, очистку воды прекращают, а иониты регенерируют. Для этого смесь ионитов высыпают из колонки на лист фильтровальной бумаги, разравнивают, закрывают другим листом такой же бумаги и оставляют сохнуть. Или же иониты из колонки пересыпают в фарфоровую воронку Бюхнера и отсасывают на ней до получения воздушно-сухой массы.

Воздушно-сухую массу помещают в делительную воронку соответствующей емкости так, чтобы смесь ионитов занимала около $^1/_4$. После этого в делительную воронку добавляют 3%-ный раствор NaOH, заполняя воронку приблизительно на $^3/_4$, и быстро перемешивают. При этом происходит мгновенное разделение ионитов. Нижний слой,

---

* Подробная характеристика ионитов отечественных и зарубежных марок приведена в книге: Салдадзе К. М., Пашков А. Б., Титов В. С., Ионообменные высокомолекулярные соединения, Госхимиздат, 1960.

** Василевская Л. С., Розанова Н. А., Зав. лаб., 28, № 5, 549 (1962).

содержащий катионит КУ-2, спускают через кран делительной воронки в сосуд с водой и многократно промывают с применением декантации до тех пор, пока проба промывной воды не даст нейтральную реакцию при добавлении 1—2 капель фенолфталеина.

Верхний слой, содержащий анионит ЭДЭ-10П, сливают через горло делительной воронки также в сосуд с водой. Иониты регенерируют, как описано выше (см. стр. 40), каждый ионит отдельно, и после этого снова применяют их для очистки воды.

Следует учитывать, что и при получении особо чистой воды и особенно при ее хранении нельзя применять стеклянную посуду или стеклянные приборы. Все должно быть или из пластиков, или из алюминия. Стеклянную посуду, если нет другой, внутри следует покрывать тонкой пленкой полиэтилена или плексигласа.

О дистиллированной воде надо помнить следующее:

1. *Воду необходимо расходовать экономно.*

2. *Бутыль с дистиллированной водой всегда должна быть хорошо закрыта обработанной корковой или резиновой пробкой или тщательно вымытой притертой пробкой.*

3. Всякую *вновь полученную партию воды надо проверить* на присутствие примесей.

4. *Переливать* дистиллированную воду можно *только* в *хорошо вымытую посуду.*

5. *Длительное хранение дистиллированной воды не допускается.*

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Кац М. И., Техника безопасности при работе в химических лабораториях, Госхимиздат, 1960.

О проектировании и оборудовании лабораторий см. Muller E., Construction (France), **18**, № 6, 247 (1963); РЖХим, 7Д1.

Об освещении лаборатории см. Ziesenisss C. H., Glas- und Instr. Techn., 8, № 2, 53, 58 (1964); РЖХим, **1964**, 22Д1.

О безопасном хранении и обращении с органическими перекисями в лабораторных условиях см. Noller D. C., Bolton D. J., Analyt. Chem., **35**, 887 (1963); РЖХим, **1964**, 8Д33.

Об установке для перекачивания серной кислоты см. Фейгина Б., Молочн. пром., № 2, 27 (1964); РЖХим, **1964**, 17Д45.

О рабочем столе в химической лаборатории см. Kless K. F., Chem. Ztg., **79**, № 9, 300 (1955); РЖХим, **1956**, № 11, 235, реф. 32848.

О рабочем столе в химической лаборатории см. Klees K. F., Chem. Ztg., **79**, № 9, 300 (1955); РЖХим, **1956**, № 11, 235, реф. 32848.

О номографии см. М. В. Пентковский, Номография, Гостехтеоретиздат, 1949; Считающие чертежи (номограммы), изд. 2, Физматгиз, 1959; Г. С. Кованский, Номограммы с ориентированным транспарантом, Гостехиздат, 1957; Шварц Э., Номограммы и другие вспомогательные средства вычисления для инженера, Берлин, Техника, 1960 (текст на немецком и русском яз.).

О развитии и перспективах автоматизации химических лабораторных работ см. Nacku J., Chem. listy, **56**, № 9, 1087 (1962); РЖХим, **1963**, 4Д1.

О возможности автоматизации лабораторной работы см. Sci. Lubricat., **15**, 22 (1963); РЖХим, **1964**, 7Д3.

О специфике микроаналитической лаборатории см. Ienic-zek S., Chemie, **17**, 61 (1964); РЖХим, **1964**, 22Д2.

О получении чистой воды см. Шатенштейн А. И., Яковлева Е. А., Звягинцева Е. Н., Израилевич Е. А., Дыхно Н. М., Изотопный анализ воды, 2-е изд., Изд. АН СССР, 1957.

Проблема дистиллированной воды в химической лаборатории. Baetsla & Gilbert, Techn. bau, **18**, 25 (1964); РЖХим, **1964**, 23Г1.

О получении «оптически чистой» дистиллированной воды см. Spyrný K., Chem. listy, **60**, 343 (1966); РЖХим, **1966**, 16Д66.

О деминерализации воды и об ионитных установках в лабораториях см. Кот А. А., Зав. лаб., **18**, № 4, 500 (1952); Мелешко В. П., Мазо А. Н., Гигиена и санитария, № 1, 53 (1952); Мелешко В. П., Зав. лаб., **20**, № 4, 491 (1954); Флуминии, Петров , Годишен зб. Филоз. фак. У-т Скопје, Природно-матем. одд., 1956 (1958), 51; РЖХим, **1959**, № 6, 171, реф. 19248; Lorch W. F., Lab. Pract., **7**, № 1, 33 (1958); РЖХим, **1958**, № 16, 140, реф. 53616; Guntz A., Bull. Soc. chim. France, № 8—9, 1665 (1960); РЖХим, **1961**, № 11, 167, реф. 11Е52.

О деминерализованной воде в лаборатории см. West N., Lab. Pract., **12**, 1077 (1963); РЖХим, **1964**, 17Д35.

О полном опреснении воды для лаборатории при помощи ионного обмена см. Schäfer W., Glas- und. Instr. Techn., 9, 357 (1965); РЖХим, **1966**, 3Д81.

О получении деминерализованной воды путем электродиализа см. Schuflı A., J. Chem. Educ., **38**, № 1, 17 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 4А51.

О самой чистой воде, когда-либо полученной наукой, см. Lorant M., Chem. Rund., **14**, № 19, 566 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 12Е13.

Об упрощенном способе получения сверхчистой воды см. Powers R. W., Electrochem. Technol., **2**, 5—6, 163 (1964); РЖХим, **1965**, 9Д94.

Примечания к вопросу получения чистой воды см. Ianko L., Sb. Visoke Scoly Chem. Techn. Praze, odd. Technol. vedy, **1961**, (1962); **5**, 323; РЖХим, **1964**, 3Д45.

К вопросу о чистоте воды при электрохимических исследованиях см. Березина Н. П., Николаева-Федорович Н. В., Электрохим, **3**, 3 (1967); РЖХим, **1967**, 11Б945.

О контроле чистоты воды для ядерных реакторов на следовые количества примесей см. Pohl F. A., Mikrochim. Acta, № 5—6, 855 (1963); РЖХим., **1964**, 18Г141.

Об автоматическом дистилляторе для первичной перегонки воды см. Бардин В. В., Зав. лаб., **28**, № 5, 635 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 2Д39.

Об аппарате для дистилляции воды см. Vykouk V., Zima J., Formanek P., Fuchs V., пат. ЧССР 92052, 15/X 1959; РЖХим, **1961**, № 12, 174 (60); реф. 12Е91 (дана схема аппарата).

Об улучшенной конструкции аппарата для перегонки воды со щелочью и перманганатом см. O'Brien W. I., Garner W., Chemist — Analyst, **54**, 57 (1965); РЖХим, **1966**, 1Д101.

Дистилляционная колонка с радиационным нагревателем для получения чистой воды описана Hickman K., Analyt. Chem., **36**, 1404 (1964); РЖХим, **1965**, 4Д82.

Об установке для получения воды высокой чистоты см. Wünsch J., Kadler V., Brodský A., Chem. listy, **56**, № 9, 1115 (1962); РЖХим, **1963**, 8Д52.

О приборе для окисления примесей в воде и перегонке ее и о приборе для перегонки воды в токе азота см. ЖАХ, **12**, № 4, 517 (1957).

Об установке для перегонки воды и кислот без кипячения см. Семенов Н. Н., Стекло, Бюлл. Гос. научно-исслед. ин-та стекла, № 2 (108), 25 (1960); РЖХим, **1962**, реф. 24Е18.

Глава 1

ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА И ДРУГИЕ ПРИНАДЛЕЖНОСТИ

СТЕКЛЯННАЯ ПОСУДА

Применяемая в лабораториях химическая посуда может быть разделена на ряд групп. По назначению посуду можно разделить на посуду общего назначения, специального назначения и мерную. По материалу — на посуду из простого стекла, специального стекла, из кварца.

К группе общего назначения относятся те предметы, которые всегда должны быть в лаборатории и без которых нельзя провести большинство работ. Такими являются: пробирки, воронки простые и делительные, стаканы, плоскодонные колбы, кристаллизаторы, конические колбы (Эрленмейера), колбы Бунзена, холодильники, реторты, колбы для дистиллированной воды, тройники, краны.

К группе специального назначения относятся те предметы, которые употребляются для одной какой-либо цели, например: аппарат Киппа, аппарат Сокслета, прибор Кьельдаля, дефлегматоры, склянки Вульфа, склянки Тищенко, пикнометры, ареометры, склянки Дрекселя, кали-аппараты, прибор для определения двуокиси углерода, круглодонные колбы, специальные холодильники, прибор для определения молекулярного веса, приборы для определения температуры плавления и кипения и др.

К мерной посуде относятся: мерные цилиндры и мензурки, пипетки, бюретки и мерные колбы.

Посуда общего назначения

Пробирки (рис. 18) представляют собой узкие цилиндрической формы сосуды с закругленным дном; они бывают различной величины и диаметра и из различного стекла.

Обычные лабораторные пробирки изготовляют из легкоплавкого стекла, но для особых работ, когда требуется нагревание до высоких температур, пробирки изготовляют из тугоплавкого стекла или кварца.

Кроме обычных, простых, пробирок, применяют также градуированные и центрифужные конические (см. стр. 477) пробирки.

Для хранения пробирок, находящихся в работе, служат специальные деревянные, пластмассовые или металлические штативы (рис. 19).

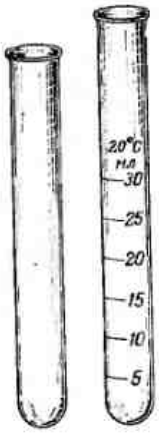


Рис. 18. Простая и градуированная пробирки.

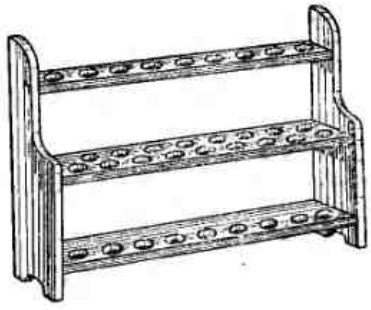


Рис. 19. Штатив для пробирок.

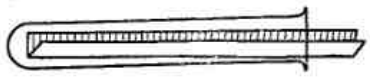


Рис. 20. Внесение в пробирку порошкообразных веществ.

Пробирки применяют для проведения главным образом аналитических или микрохимических работ. При проведении реакций в пробирке реактивы не следует применять в слишком большом количестве. Совершенно недопустимо, чтобы пробирка была наполнена до краев.

Реакцию проводят с небольшими количествами веществ; достаточно бывает $^1/_4$ или даже $^1/_8$ емкости пробирки.

Иногда в пробирку нужно ввести твердое вещество (порошки, кристаллы и т. п.), для этого полоску бумаги шириной чуть меньше диаметра пробирки складывают вдвое по длине и в полученный совочек насыпают нужное количество твердого вещества. Пробирку держат в левой руке, наклонив ее горизонтально, и вводят в нее совочек почти до дна (рис. 20). Затем пробирку ставят вертикально и слегка ударяют по ней. Когда все твердое вещество высыпется, бумажный совочек вынимают.

Для перемешивания налитых реактивов пробирку держат большим и указательным пальцами левой руки за верхний конец и поддерживают ее средним пальцем, а указательным пальцем правой руки ударяют косым ударом по низу пробирки. Этого достаточно, чтобы содержимое ее было хорошо перемешано. Совершенно недопустимо закрывать пробирку пальцем и встряхивать ее в таком виде; при этом можно не только ввести что-либо постороннее в жидкость, находящуюся в пробирке, но иногда и повредить кожу пальца, получить ожог и пр. Если пробирка наполнена жидкостью больше чем на половину, содержимое перемешивают стеклянной палочкой.

Если пробирку нужно нагреть, ее следует зажать в держателе (см. стр. 146). При неумелом и сильном нагревании пробирки жидкость быстро вскипает и выплескивается из нее, поэтому нагревать нужно осторожно. Когда начнут появляться пузырьки, пробирку следует отставить и, держа ее не в пламени горелки, а около него или над ним, продолжать нагревание горячим воздухом. При нагревании открытый конец пробирки должен быть обращен в сторону от работающего и от соседей по столу.

Когда не требуется сильного нагрева, пробирку с нагреваемой жидкостью лучше опустить в горячую воду. Если работают с маленькими пробирками (для полумикроанализа), то нагревают их только в горячей воде, налитой в стеклянный стакан соответствующего размера (емкостью не больше 100 *мл*).

Воронки служат для переливания жидкостей, для фильтрования и т. д. Химические воронки выпускают различных размеров, верхний диаметр их составляет 35, 55, 70, 100, 150, 200, 250 и 300 *мм*. Обычные воронки имеют ровную внутреннюю стенку, но для ускоренного фильтрования иногда применяют воронки с ребристой внутренней поверхностью. Воронки для фильтрования всегда имеют угол 60° и срезанный длинный конец.

При работе воронки устанавливают или в специальном штативе (см. рис. 362, стр. 432), или в кольце на обычном лабораторном штативе (рис. 21).

Для фильтрования в стакан полезно сделать простой держатель для воронки (рис. 22). Для этого из листового алюминия толщиной около 2 *мм* вырезают полоску длиной 70—80 *мм* и шириной 20 *мм*. На одном из концов полоски просверливают отверстие диаметром 12—13 *мм* и полоску сгибают так, как показано на рис. 22,*а*. Как укрепить воронку на стакане, показано на рис. 22,*б*.

При переливании жидкости в бутыль или колбу не следует наполнять воронку до краев.

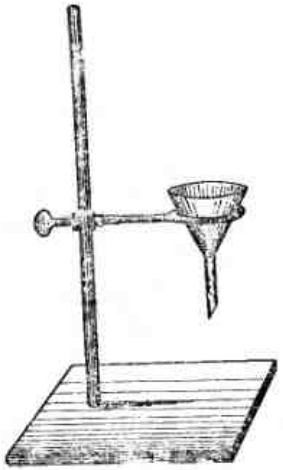


Рис. 21. Укрепление стеклянной химической воронки в штативе.

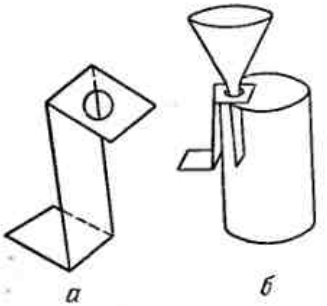


Рис. 22. Приспособление для крепления воронки на стакане.

Если воронка плотно прилегает к горлу сосуда, в который переливают жидкость, то переливание затрудняется, так как внутри сосуда создается повышенное давление. Поэтому воронку время от времени нужно приподнимать. Еще лучше сделать между воронкой и горлом сосуда щель, вложив между ними, например, кусочек бумаги. При этом нужно следить, чтобы прокладка не попала в сосуд. Целесообразнее применять проволочный треугольник, который можно сделать самому. Этот треугольник помещают на горло сосуда и затем вставляют воронку.

Существуют специальные резиновые или пластмассовые насадки на горлышко посуды, которые обеспечивают сообщение внутренней части колбы с наружной атмосферой (рис. 23).

Для аналитических работ при фильтровании лучше пользоваться аналитическими воронками (рис. 24). Особенность этих воронок заключается в том, что они имеют удлиненный срезанный конец, внутренний диаметр которого в верхней части меньше, чем в нижней части; такая конструкция ускоряет фильтрование.

Кроме того, бывают аналитические воронки с ребристой внутренней поверхностью, поддерживающей фильтр, и с

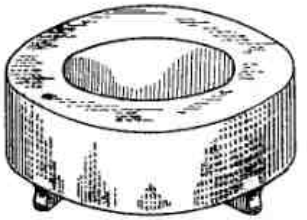


Рис. 23. Насадки на горла бутылей.



Рис. 24. Аналитическая воронка.

шарообразным расширением в месте перехода воронки в трубку. Воронки такой конструкции ускоряют процесс фильтрования почти в три раза по сравнению с обычными воронками.

О применении воронок при фильтровании см. стр. 424.

Делительные воронки (рис. 25) применяют для разделения несмешивающихся жидкостей (например, воды и масла). Они имеют или цилиндрическую, или грушевидную форму и в большинстве случаев снабжены притертой стеклянной пробкой. В верхней части отводной трубки находится стеклянный притертый кран. Емкость делительных воронок различна (от 50 *мл* и до нескольких литров), в зависимости от емкости меняется и толщина стенок. Чем меньше емкость воронки, тем тоньше ее стенки, и наоборот.

При работе делительные воронки в зависимости от емкости и формы укрепляют по-разному. Цилиндрическую воронку небольшой емкости можно укрепить просто в лапке. Большие же воронки помещают между двумя кольцами.

Нижняя часть цилиндрической воронки должна опираться на кольцо, диаметр которого немного меньше диаметра воронки, верхнее кольцо имеет диаметр несколько больший. Если воронка при этом качается, между кольцом и воронкой следует положить пластинку из пробки.

Грушевидную делительную воронку укрепляют на кольце, горлышко ее зажимают лапкой. Всегда прежде закрепляют воронку, а уже потом наливают в нее подлежащие разделению жидкости.

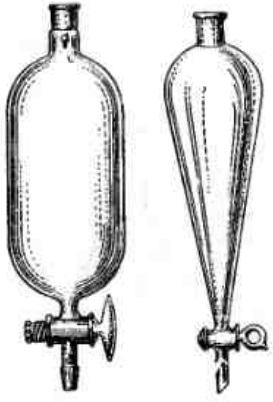


Рис. 25. Делительные воронки.

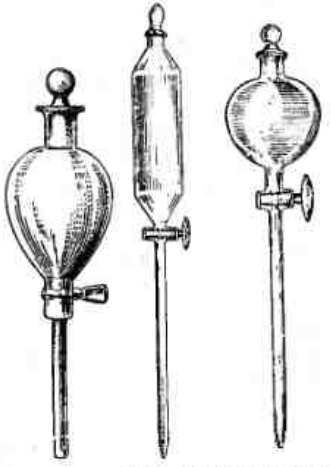


Рис. 26. Капельные воронки.

Капельные воронки (рис. 26) отличаются от делительных тем, что они более легкие, тонкостенные и в большинстве случаев с длинным концом. Эти воронки применяют при многих работах, когда вещество добавляют в реакционную массу небольшими порциями или по каплям. Поэтому они обычно составляют часть прибора. Воронки укрепляют в горле колбы на шлифе или при помощи корковой либо резиновой пробки.

Перед работой с делительной или капельной воронкой шлиф стеклянного крана нужно осторожно смазать вазелином или специальной смазкой. Это дает возможность открывать кран легко и без усилий, что очень важно, так как если кран открывается туго, то можно при открывании сломать его или повредить весь прибор. Смазку нужно

наносить очень тонким слоем так, чтобы при поворачивании крана она не попадала в трубку воронки или внутрь отверстия крана.

Для более равномерного стекания капель жидкости из капельной воронки и для наблюдения за скоростью подачи жидкости применяют капельные воронки с насадкой (рис. 27). У таких воронок сразу после крана находится расширенная часть, переходящая в трубку. Жидкость через кран поступает в это расширение по короткой трубке и затем в трубку воронки.



Рис. 27. Капельная воронка с насадкой.

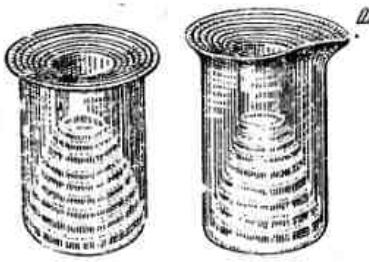


Рис. 28. Химические стаканы.



Рис. 29. Плоскодонные колбы.

Химические стаканы представляют собой тонкостенные цилиндры различной емкости. Они бывают двух видов: с носиками и без носиков (рис. 28). Так же как и другую стеклянную химическую посуду, стаканы делают и из тугоплавкого, и из химически стойкого стекла.

Нагревать стаканы из обычного стекла на голом пламени нельзя — от этого они лопаются. Нагревание следует проводить только через асбестированную сетку или на водяной либо другой бане.

Кроме химических стаканов, в лабораториях иногда применяют толстостенные, так называемые батарейные стаканы. Они бывают также разной величины и емкости и предназначены для работы без нагревания.

Плоскодонные колбы (рис. 29) бывают самой разнообразной емкости, начиная от 50 *мл* и до нескольких литров, со шлифом и без шлифа на горле. Их изготовляют из

обычного, а также из кварцевого и специальных сортов стекла.

Промывалки. Для промывания осадков дистиллированной водой или каким-либо раствором, для смывания осадков с фильтров и стенок сосудов применяют так называемые промывалки (рис. 30). Они служат и для хранения небольших количеств дистиллированной воды. Под промывалку можно приспособить колбу емкостью от 0,5 до 2 *л*. Для этого к колбе подбирают резиновую пробку, в которой просверливают два отверстия. В одно из них вставляют трубку, изогнутую под острым углом; при этом

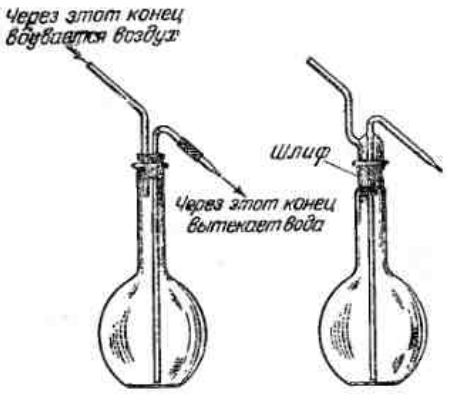


Рис. 30. Промывалки.

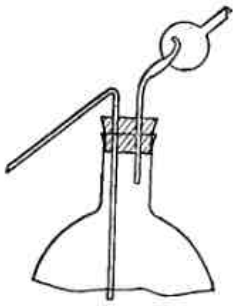


Рис. 31. Промывалка с насадкой Кьельдаля.

один конец трубки должен доходить почти до дна колбы, а другой конец должен быть оттянут. В другое отверстие вставляют трубку, изогнутую под тупым углом. Конец этой трубки, находящийся внутри колбы, должен выступать из пробки не больше чем на 3—5 *см*.

В колбу наливают до горла дистиллированную воду или какой-либо раствор и плотно закрывают пробкой. При работе конец короткой трубки, изогнутой под тупым углом, берут в рот и, вдувая в колбу воздух, получают из другой трубки струю воды, которую направляют, например, на стенку воронки, чтобы смыть осадок в нижнюю часть фильтра, и т. д.

Если промывалкой приходится пользоваться часто, для облегчения работы рекомендуется на трубку для подачи воздуха надеть резиновую грушу; ею можно хорошо регулировать как силу струи (при смывании осадков со стенок посуды), так и количество выливаемой жидкости.

Иногда промывалки изготовляют с притертой пробкой, снабженной двумя трубками.

Жидкость, находящаяся в промывалке, может быть загрязнена пылью и т. п. через открытый конец трубки. Чтобы предупредить возможность такого загрязнения, в пробку можно вставить насадку Кьельдаля и через нее вдувать воздух в промывалку (рис. 31). Применение такой насадки особенно желательно в тех случаях, когда приходится работать с горячими растворами или с горячей водой, или с растворами неприятно пахнущих веществ (H_2S, NH_3 и пр.).

Расход жидкости на промывание осадков должен быть минимальным, его регулируют, изменяя диаметр отверстия трубки, через которую выливается вода.

Сливная трубка промывалки должна быть заполнена водой полностью, чтобы в ней не было пузырьков воздуха. Если они имеются, жидкость при выливании ее из промывалки может разбрызгиваться. Для удаления пузырьков осторожно вдувают воздух в промывалку, чтобы пузырьки медленно выходили.

Недостатком обыкновенных промывалок является то, что при работе с летучими или ядовитыми веществами или растворами газов, а также с горячей водой не исключена возможность попадания паров или газов в рот. На рис. 32 приведены усовершенствованные промывалки, не имеющие этого недостатка. У одной из них (рис. 32, *а*) на нижний конец изогнутой под тупым углом трубки надет клапан Бунзена (см. стр. 65), препятствующий попаданию паров или газов из промывалки в рот. Другая промывалка (рис. 32,*б*) снабжена, кроме того, предохранительной трубкой. Для этого в пробке, закрывающей промывалку, просверливают третье отверстие, в которое вставляют короткую стеклянную трубку, изогнутую под тупым углом. При работе с такой промывалкой большим пальцем правой руки закрывают отверстие предохранительной трубки, помещают указательный палец на (или под) трубку, по которой из промывалки вытекает струя жидкости, и через трубку с клапаном вдувают воздух. Когда в промывалке создастся небольшое избыточное давление, промывалку отнимают от рта и, придерживая рукой, направляют струю выте-

кающей жидкости, куда это необходимо. Для того чтобы прекратить вытекание жидкости из промывалки, отнимают палец от отверстия предохранительной трубки, вследствие чего давление внутри промывалки уравнивается с наружным давлением.

Такими усовершенствованными промывалками очень удобно пользоваться при серийных промываниях осадков, при наполнении мерных колб и т. д.

При нагревании воды в промывалке колба должна быть открыта так, как показано на рис. 33. Если колба закры-

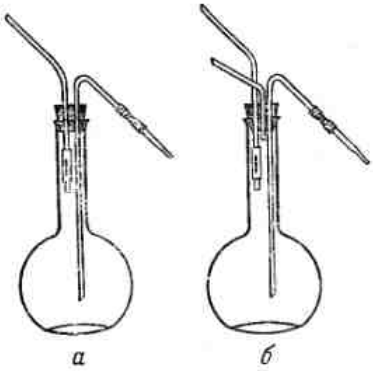


Рис. 32. Усовершенствованные промывалки.



Рис. 33. Нагревание воды в промывалке.

та, то при вскипании воды паром может выбросить пробку или же кипящая жидкость начнет выдавливаться через сливную трубку и может обжечь работающего. Иногда внутри плотно закрытой колбы развивается такое давление, что ее может разорвать.

Чтобы пользоваться промывалкой с горячей водой без опасения обжечь руки, горло колбы покрывают теплоизоляционным слоем. В качестве такого слоя может служить обмотка из толстой бечевы, тонкий слой поропласта или плотная бумажная лента, концы которой закрепляют изоляционной лентой или ниткой. Можно также пользоваться листовым асбестом. Кусок тонкого листового асбеста смачивают вначале водой, а потом плотно обертывают им горло колбы. После высыхания получается хорошая теплоизоляция. Мокрый асбест можно обмотать марлей.

Если у колбы нет теплоизоляционного слоя, горячее горло нужно придерживать полотенцем, сложенным в 2—4 раза.

Конические колбы (Эрленмейера) находят широкое применение при аналитических работах (титрование). Они бывают различной емкости, с носиками и без носиков, узкогорлые и широкогорлые (рис. 34). Конические колбы, снабженные притертой пробкой, называют «колбами для определения иодного числа». Их применяют также при титрованиях по методу иодометрии.

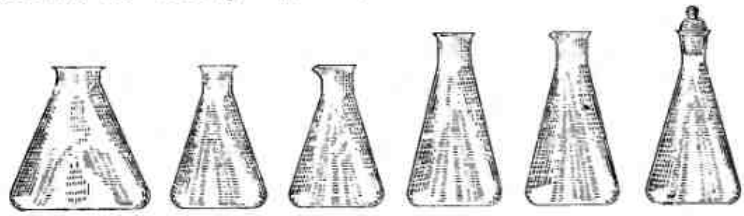


Рис. 34. Конические колбы.

Нагревать колбы следует только через асбестированную сетку или на какой-либо бане.

Нередко горло конической колбы бывает необходимо закрыть. Для этого можно пользоваться часовыми стеклами соответствующего размера, но значительно удобнее применять стеклянную крышку (рис. 35). Колбу, закрытую такой крышкой, можно вращать для перемешивания содержимого ее и сильно наклонять.

Рекомендуются также стеклянные крышки (колпаки), изображенные на рис. 36. Такие колпаки удобны для колб, в которых хранят дистиллированную воду или другие реактивы, так как хорошо защищают их от пыли и попадания посторонних веществ.

Колбы для отсасывания (Бунзена) употребляют в тех случаях, когда фильтрование ведут с применением вакуум-насоса (см. стр. 65). Колба (рис. 37) имеет тубус, находящийся в верхней части ее; тубус соединяют резиновой трубкой с предохранительной склянкой, а затем с вакуум-насосом. В горло колбы вставляют воронку, укрепленную в резиновой пробке. Колбы для отсасывания бывают раз-

личной емкости и формы. Чаще всего в лабораториях используются колбы конической формы как наиболее устойчивые и удобные.

При фильтровании больших количеств жидкости в колбе собирается много фильтрата, для сливания которого приходится разбирать установку. В таких случаях удобнее пользоваться колбами Бунзена с краном, расположенным около дна (рис. 38). При использовании таких колб фильтрат сливают через кран в подготовленный приемник, закрыв предварительно вакуум-насос.

Колбы Бунзена делают из толстого стекла, так как иначе при работе они могут быть раздавлены атмосферным

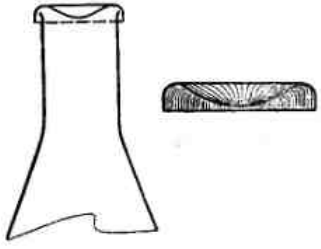


Рис. 35. Стеклянная крышка для колб.



Рис. 36. Стеклянная крышка (колпак) для колб.

давлением. Работающие колбы Бунзена (во избежание несчастного случая) рекомендуется закрывать полотенцем или ящиком из толстого картона или жести. Иногда на наружную стенку посуды спирально наклеивают липкую прозрачную пленку из поливинилхлорида, накладывая слой на слой так, чтобы каждый виток захватывал около половины предыдущего слоя. Так получается хорошая защита от разлетания осколков стекла при взрыве.

К каждой колбе для фильтрования следует *заранее подобрать* несколько резиновых пробок (две-три) с отверстиями разных диаметров, которые подходили бы к наиболее часто употребляемым воронкам.

Колбы Бунзена, еще не бывшие в употреблении, следует предварительно проверить. Вначале колбу осматривают снаружи. Если на ней будут обнаружены царапины, колбу применять для работ с вакуумом нельзя, так как при создании вакуума она обязательно лопнет. Затем колбу закрывают резиновой пробкой, завертывают полотенцем или же помещают в предохранительный ящик и только после этого присоединяют к вакуум-насосу. В пробку колбы полезно вставить стеклянную трубку, один конец которой оттянут в капилляр. При помощи вакуум-насоса нужно добиться

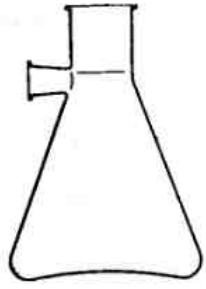


Рис. 37. Колба для фильтрования под вакуумом (Бунзена).



Рис. 38. Колба Бунзена со сливным краном.

такого разрежения, при котором колбу будут обычно использовать, и выдержать под вакуумом не менее 15 *мин*.

Нужно также проверить, нет ли на столе кусочков металла или твердых веществ, которые могут поцарапать дно колбы.

Для работы *с разрежением можно применять только проверенные колбы Бунзена.*

Реторты (рис. 39) бывают двух видов: без тубуса и с тубусом. Последний — с притертой пробкой или без нее. Емкость реторт составляет до 2—3 *л*. Реторты емкостью больше 2—3 *л* встречаются очень редко; их изготовляют только по специальному заказу.



а *б*

Рис. 39. Реторты.

При работе с ретортами, имеющими тубус с притертой пробкой, нужно помнить, что тотчас после прекращения нагревания пробку следует вынуть.

Кристаллизаторы — тонкостенные стеклянные плоскодонные сосуды различных диаметров и емкости (рис. 40). Их применяют при перекристаллизации веществ, а иногда в них проводят выпаривание. Нагревать кристаллизаторы можно только на водяной бане.

Холодильники — приборы, применяемые для охлаждения и конденсации паров.

В зависимости от условий работы жидкость, образующаяся в холодильнике при охлаждении паров (конденсат), должна или отводиться в приемник, или возвращаться в тот сосуд, в котором проводят нагревание. Это различие в назначении холодильников определяет их форму и название. Холодильники, предназначенные для собирания конденсата, называют прямыми или нисходящими, а холодильники, из которых конденсат возвращается в процесс,—обратными.

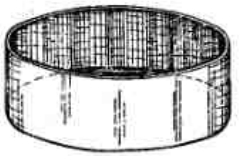


Рис. 40. Кристаллизатор.

Прямые холодильники (Либиха). Очень распространены в лабораториях холодильники Либиха (рис. 41), состоящие из длинной стеклянной трубки (форштоса), один конец которой расширен. Эту трубку пропускают через стеклянную или металлическую рубашку, или муфту, и закрепляют отрезками резиновой трубки, насаженными на концы муфты. Иногда встречаются холодильники Либиха, у которых холодильная трубка спаяна с рубашкой.

На концах муфты (перпендикулярно к ее оси) расположено по одному отводу; на них надевают резиновые трубки, одну из которых, находящуюся около узкого конца форштоса, соединяют с водопроводным краном, а другую отводят в сточную трубу. При таком присоединении трубок вода в холодильнике движется навстречу парам охлаждаемой жидкости.

Присоединяя холодильник, необходимо соблюдать следующее правило: вода должна поступать в холодильник всегда с нижнего опущенного конца и выходить из верхнего приподнятого. Холодильная рубашка (муфта) должна быть всегда заполнена водой. Иначе при продолжительной перегонке холодильная трубка сильно нагреется и на границе с уровнем воды может лопнуть.

Резиновые трубки, служащие для соединения форштоса с холодильной рубашкой, должны быть обвязаны тонкой проволокой или бечевкой, чтобы вода в этом месте не просачивалась.

При сборке холодильника прежде всего нужно подобрать соединительные резиновые трубки, надеть их на холодильную рубашку и, смазав внутренние стенки их вазелином, осторожно, все время поворачивая, вставить холодильную трубку.

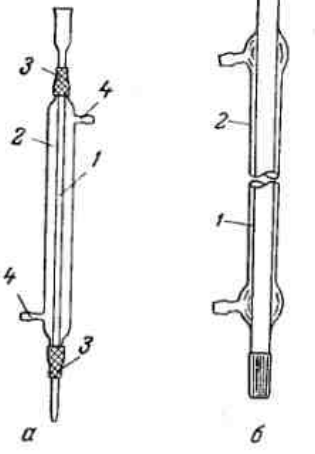


Рис. 41. Прямые холодильники (Либиха):

а — с резиновыми муфтами; *б* — со шлифом; *1* — форштос; *2* — рубашка; *3* — соединительные резиновые трубки (муфты); *4* — отростки.

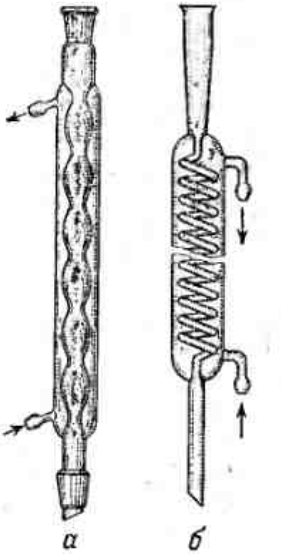


Рис. 42. Обратные холодильники:

а — шариковый (Аллина); *б* — змеевиковый.

При долгом употреблении в холодильной рубашке часто образуется красновато-желтый налет окислов железа, попадающих с водой из водопроводных труб. Налет мешает видеть холодильную трубку, и его нужно удалять. Для этого холодильник отъединяют от водопроводного крана, выпускают всю воду и наливают в холодильную рубашку 10—16%-ную соляную кислоту; при этом на резиновые трубки около отводов надевают зажимы. Осторожно пово-

рачивая холодильник, растворяют в соляной кислоте налет окислов железа, затем кислоту выливают, холодильник снова соединяют с водопроводом и пропускают воду в течение 5—6 *мин*.

Перегонять жидкость, применяя холодильник Либиха, можно, только когда температура ее паров не превышает 150° С.

Обратные холодильники могут быть шариковыми (холодильники Аллина), змеевиковыми (рис. 42) и других форм. У шариковых холодильников трубка состоит из шарообразных расширений, а у змеевиковых свернута в виде спирали. Такая форма трубки увеличивает поверхность охлаждения, и при этом происходит более полная конденсация паров.

Холодильник Аллина устанавливают только в вертикальном положении, но не в наклонном, так как в последнем случае в шариках будет собираться сконденсированная жидкость, мешающая правильному отбору фракций.

Обратный холодильник можно присоединять к колбе и без пробки или шлифа. Для этого трубка холодильника должна входить в горло колбы неплотно, с зазором около 0,5 *мм*. В этом зазоре конденсируются пары нагреваемой жидкости, и слой ее создает герметичность при кипячении жидкости в колбе. Герметизирующий слой жидкости при кипячении не обновляется. Особенно удобно применение такого способа при длительном кипячении растворов кислот или щелочей, т. е. веществ, наиболее опасных для шлифов. Такое соединение пригодно не только для обратных холодильников, но и для головок колонок полной конденсации, аппаратов Сокслета и т. п.

Шариковый холодильник Сокслета (рис. 43) чаще всего применяют как обратный. Охлаждающая вода поступает в холодильник через левый отвод во внутреннюю шарообразную полость и вытекает из правого отростка. Пары жидкости проходят между внутренней поверхностью и наружной стенкой. Таким образом, пары охлаждаются сразу с обеих поверхностей: с наружной — воздухом, с внутренней — водой.

Имеется ряд специальных холодильников; например, применяют холодильники, у которых холодильная трубка имеет вид спирали. Это делается для того, чтобы, не увеличивая размеров холодильника, увеличить поверхность охлаждения.

Часто бывает необходимо нагревание сопровождать перемешиванием. В этом случае очень удобно применять холодильник с мешалкой (рис. 44).

Холодильник Димрота (рис. 45) является универсальным, так как его можно применять в качестве и нисходящего, и обратного. Холодильник выдерживает значительные перепады температур. Преимуществом его является



Рис. 43. Холодильник Сокслета.

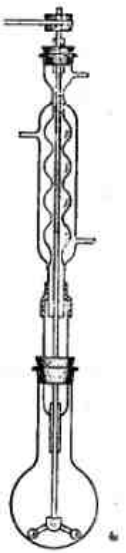


Рис. 44. Шариковый холодильник с мешалкой.

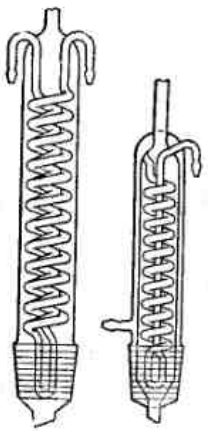


Рис. 45. Холодильник Димрота.

и то, что на его внешних стенках пары воды из окружающей атмосферы не конденсируются.

Пальцевый холодильник (рис. 46) представляет собой запаянную с одного конца трубку, в пробке которой имеются две трубки: одна, доходящая до дна,— для подводки воды и другая, короткая,— для отвода воды в канализацию.

Холодильники могут нормально работать только при постоянном напоре воды. Чтобы напор воды в водопроводной сети не влиял на работу холодильника, рекомендуется

установить напорный бак * для питания одного или нескольких холодильников.

Сифоны (рис. 47) — приспособления для переливания жидкостей. При работе с сифоном, приведенным на рис. 47,*а*, конец *2* опускают в переливаемую жидкость, конец *3* закрывают пальцем или же в тех случаях, когда приходится переливать едкие жидкости, на него надевают резиновую трубку с зажимом, а через конец *1* всасывают жидкость ртом или при помощи водоструйного насоса. Когда жидкость достигнет уровня верхнего колена трубки *1*,

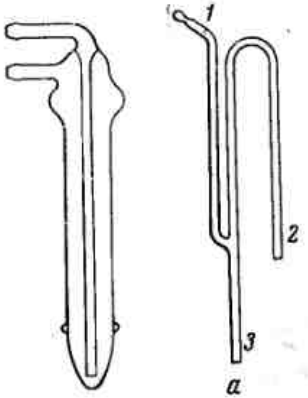


Рис. 46. Пальцевый холодильник.

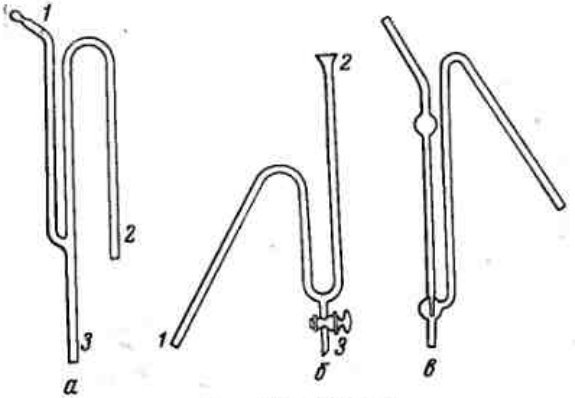


Рис. 47. Сифоны.

трубку *3* открывают, а трубку *1* закрывают, для этого на нее надевают резиновую трубку с зажимом Мора. После того как жидкость начала перетекать, трубку *2* опускают в жидкость до соответствующего уровня.

После работы сифон следует промыть; на стене для него должна быть устроена отдельная, лучше деревянная, вешалка.

Очень удобен сифон, изображенный на рис. 47, *б*. Он прост в обращении и дает возможность работать совершенно безопасно.

На конец *3* надевают резиновую трубку длиной 20—25 *см* или же при помощи отрезка резиновой трубки присоединяют стеклянную трубку. Трубку *1* опускают в переливаемую жидкость и заполняют сифон этой жидкостью из стакана с носиком, кран на трубке *3* при этом должен быть закрыт. Затем кран открывают и сливают нужное количество жидкости.

У сифона, изображенного на рис. 47, *в*, конец засасывающей трубки оттянут и впаян в расширение, имеющееся в нижней части трубки; он имеет диаметр много меньше, чем диаметр наружного конца трубки. Такое устройство

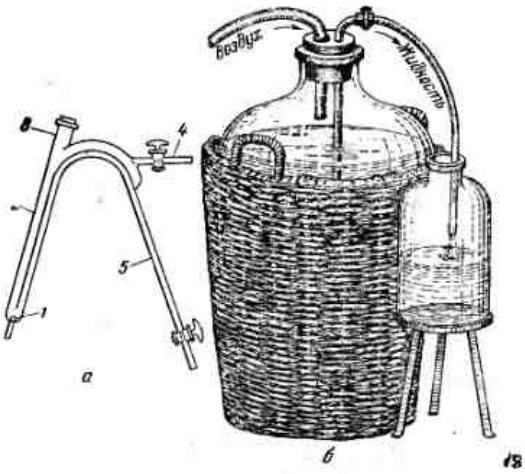


Рис. 48. Сифоны, приводимые в действие нагнетанием:
а — сифон; *б* — сифонирование жидкости; *1* — шаровой клапан; *2* — корпус сифона; *3* — отверстие для чистки сифона; *4* — трубка для воздуха; *5* — сифонная трубка.

уменьшает опасность попадания засасываемой жидкости в рот.

Жидкости можно сифонировать, применяя повышенное давление, т. е. нагнетая воздух или инертный газ в сосуд с сифонируемой жидкостью. На рис. 48 показаны сифоны, принцип действия которых основан на использовании повышенного давления.

Сифон, изображенный на рис. 49, может служить для удаления избытка жидкости (например, охлаждающей воды) из небольшого прибора во время опыта.

Растворы многих веществ можно использовать по назначению только после отстаивания в течение определенного

* Samuel Viola, Chemist Analyst, **48**, № 2, 47 (1959); РЖХим, **1960**, № 13, 160, реф. 51843.

времени. Так, дают отстаиваться растворам серноватистокислого натрия, марганцевокислого калия и др. После окончания отстаивания на дне бутыли обычно собирается осадок. Жидкость над ним нужно слить так, чтобы осадок не был захвачен. При пользовании обычными сифонами это удается не всегда. На рис. 50 приведен сифон, удобный именно для сливания жидкости над осадком. Такой сифон используют и при промывании осадков с применением декантации.

Если в лаборатории нет готового сифона, сифонирование можно проводить при помощи обычной резиновой

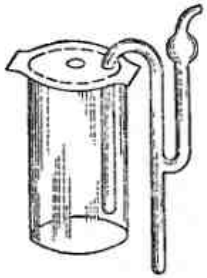


Рис. 49. Сифоны для небольших приборов.

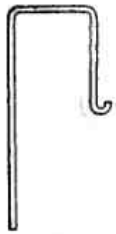


Рис. 50. Сифон для сливания жидкостей над осадком.



Рис. 51. Приспособление для сифонирования.

или согнутой стеклянной трубки. Если жидкость, которую нужно сифонировать, не действует вредно на кожу, то резиновую или согнутую стеклянную трубку заполняют жидкостью, закрывают оба конца пальцами и один конец трубки опускают в жидкость. Отняв затем пальцы, дают жидкости стекать (при таком способе нужно заботиться о том, чтобы в трубке не оставалось пузырька воздуха, обрывающего струю).

Иногда в качестве сифона применяют трубку, к нижнему концу которой присоединяют тройник (рис. 51). На боковой отвод тройника надевают резиновую трубку с зажимом. Чтобы начать сифонирование, верхний конец сливной трубки опускают в жидкость и пальцем зажимают

нижний открытый конец тройника. Открывают зажим и через боковую трубку ртом или при помощи резиновой груши засасывают раствор. Как только жидкость заполнит боковой отвод тройника, зажим отпускают, отнимают палец от нижнего конца тройника и дают жидкости стечь.

Вакуум-насосы. Необходимыми приборами в лабораториях являются водоструйные вакуум-насосы. Их применяют для ускорения фильтрования, при перегонке для создания вакуума над кипящей жидкостью и т. д.

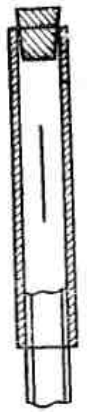


Рис. 52. Клапан Бунзена.

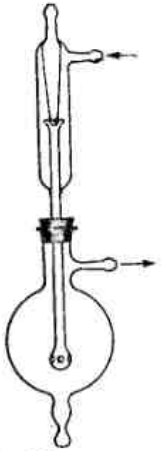


Рис. 53. Нагнетательный водоструйный насос.

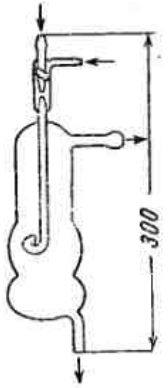


Рис. 54. Стеклянный нагнетательный водоструйный насос.

Подробно о вакуум-насосах и их креплении см. гл. 8 «Получение вакуума».

Клапан Бунзена. Клапан делают из толстостенной резиновой трубки. Отрезок такой трубки длиной 5 *см* с одного конца плотно закрывают резиновой пробкой и заливают резиновым клеем. Другой конец надевают на стеклянную трубку. Лезвием бритвы вдоль резиновой трубки делают прорез длиной в 1,5—2 *см*.

Схема устройства клапана Бунзена показана на рис. 52. Такой клапан в лабораторной практике применяется при многих работах, например для автоматического снижения давления, развивающегося в результате некоторых химических реакций.

Нагнетательные водоструйные насосы — приборы, при помощи которых можно получать струю воздуха, захватываемого водой из внешней атмосферы. Водоструйный насос (рис. 53) состоит из двух частей: верхней, являющейся обычным водоструйным вакуум-насосом, и нижней, присоединенной при помощи пробки, лучше резиновой. Чтобы надеть пробку на водоотвод насоса, нужно просверлить в пробке отверстие соответствующего диаметра и разрезать ее пополам. Пробка должна быть прочно укреплена, поэтому ее привязывают к нижней части прибора. В этой части насоса воздух отделяется от воды и выходит через отросток. Для выделения воздуха из воды требуется некоторое время, вода немного задерживается в расширенной части и вытекает через сточный отросток, на который надевают кусок резиновой трубки с зажимом Гофмана (винтовым). Зажимом регулируют сток воды и поддерживают такой уровень воды в шаре, при котором получается струя воздуха нужной силы.

На рис. 54 показан стеклянный нагнетательный водоструйный насос другой конструкции, работающий по тому же принципу, что и описанный выше. Этот насос легко может сделать каждый стеклодув.

В случае необходимости для изготовления нагнетательного водоструйного насоса можно использовать и небольшую склянку Вульфа с двумя горлами и тубусом внизу.

Посуда специального назначения

Круглодонные колбы (рис. 55) изготовляют из обыкновенного и из специального (например, иенского) стекла. Все, что сказано об обращении с плоскодонными колбами, относится и к круглодонным; их применяют при многих работах. Некоторые круглодонные колбы имеют короткое, но широкое горло.

Для нагревания круглодонных колб на голом пламени применяют асбестированные сетки с полушаровидным углублением.

Круглодонные колбы, так же как и плоскодонные, бывают самой разнообразной емкости; со шлифом на горле и без него.

Круглодонные колбы удобно ставить в подставки из дерева, имеющие углубление (рис. 56). Применяют также подставки в виде колец разного диаметра, изготовленные

из различных материалов, например из резины, резиновых трубок и др.

Колбы Кьельдаля имеют грушевидную форму и удлиненное горло (рис. 57), их применяют для определения азота по Кьельдалю; емкость их обычно от 300 до 800 *мл*. Такие колбы изготовляют из тугоплавкого и термостойкого стекла типа пирекс.

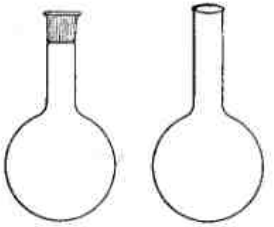


Рис. 55. Круглодонные колбы.

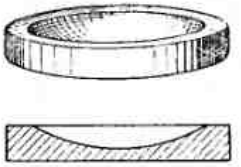


Рис. 56. Подставка для круглодонных колб.



Рис. 57. Колба Кьельдаля и установка для нагревания таких колб.

Колбы для дистилляции. Для перегонки жидкостей применяют специальные колбы, например колбы Вюрца, Клайзена, Арбузова и другие.

Наиболее распространены колбы Вюрца (рис. 58) емкостью от 50 *мл* до 1—2 *л*; они представляют собой круглодонные колбы с длинным горлом, от которого отходит под углом длинная узкая отводная трубка. Эта трубка может быть расположена на различном расстоянии от шара колбы. Колбы Вюрца, имеющие пароотвод-

ную трубку, расположенную близко к шару, предназначены для перегонки веществ с низкой температурой кипения. Колбы с пароотводной трубкой, расположенной на середине горла, применяются для перегонки веществ со средней температурой кипения. Высококипящие жидкости перегоняют в колбах Вюрца, пароотводная трубка которых расположена ближе к открытому концу горла.

При работе в горло колбы Вюрца плотно вставляют корковую или резиновую пробку с термометром, а боковую трубку присоединяют на пробке или шлифе к холодильнику. Термометр устанавливают так, чтобы его резервуар не касался стенок шейки и был посредине ее против отверстия

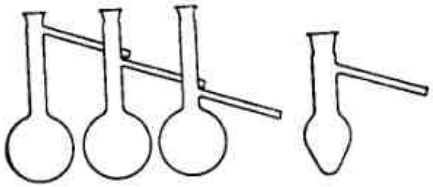


Рис. 58. Колбы Вюрца.

отводной трубки. Пробки на боковую трубку надевают так, чтобы конец трубки, который будет вставлен в холодильник, входил в него не менее чем на 4—5 *см*.

Когда колба подготовлена, ее укрепляют в лапке на штативе, помещают на баню или на асбестированную сетку и затем присоединяют к ней холодильник. Перед началом работы пробку с термометром вынимают, в горло вставляют воронку с концом такой длины, чтобы он был ниже уровня отводной трубки, и в колбу наливают жидкость, которую нужно перегнать. Когда жидкость заполнит шар колбы максимум на $^3/_4$, последнюю закрывают пробкой с термометром, проверяют еще раз весь прибор и приступают к перегонке.

Колбы с саблеобразной отводной трубкой (рис. 59) применяют для перегонки или сублимации веществ с высокой точкой затвердевания. Они имеют широкую саблеобразную отводную трубку, которая служит как воздушный холодильник и одновременно как приемник. Наиболее употребительны колбы емкостью 50, 100 или 250 *мл*.

Колба Клайзена (рис. 60) отличается от колбы Вюрца тем, что ее горло имеет две шейки, причем одна снабжена отводной трубкой коленчатой формы. Иногда шейки бывают с одним или несколькими шаровидными расширениями. Колбы Клайзена применяют для перегонки жидкостей под уменьшенным давлением.

Верхняя часть обеих шеек колбы Клайзена несколько оттянута, и поместить в нее термометр на пробке, как в колбу Вюрца, нельзя. Термометр в шейке колбы Клайзена закрепляют при помощи отрезка эластичной разиновой трубки длиной около 3 *см*. Трубку надевают на ту шейку

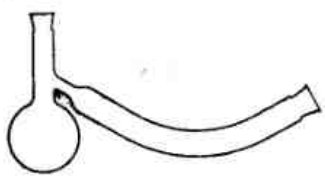


Рис. 59. Колба с саблеобразной отводной трубкой.

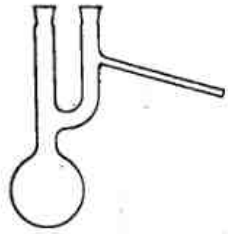


Рис. 60. Колба Клайзена.

колбы, у которой имеется отводная трубка, причем резиновая трубка должна выступать над шейкой на 1—1,5 *см*, и вставляют термометр диаметром чуть меньше диаметра шейки колбы. Положение резервуара термометра должно быть такое же, как и в колбе Вюрца.

В другую шейку совершенно аналогично вставляют стеклянную трубку, конец которой, находящийся внутри колбы, вытянут в капилляр. Капилляр должен находиться на расстоянии 2—3 *мм* от дна колбы. На наружную часть этой трубки надевают резиновую трубку, снабженную винтовым зажимом. В резиновую трубку рекомендуется вставить отрезок тонкой проволоки, чтобы в месте сдавливания трубки зажимом резина не слипалась. Такое приспособление дает возможность создавать канал с очень малым сечением для регулирования поступления воздуха в колбу.

Вводить в колбу воздух при вакуум-перегонке необходимо для того, чтобы предотвратить или смягчить толчки и удары, которые наблюдаются при перегонке жидкостей под вакуумом. Однако следует помнить, что при пропускании

струи воздуха температура кипения будет ниже истинной. В этом легко убедиться, если начать пропускать воздух очень интенсивно. Поэтому для поддержания температуры кипения близкой к истинной струя воздуха не должна быть сильной. Достаточно, если воздух будет проходить маленькими пузырьками по одному пузырьку в секунду.

Отводную трубку соединяют с холодильником при помощи резиновой пробки.

Колба Арбузова (рис. 61)— это усовершенствованная колба Клайзена. Такие колбы обладают большой

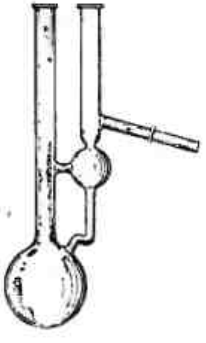


Рис. 61. Колба Арбузова.



Рис. 62. Аллонж.

дефлегмационной способностью. При работе с колбой Арбузова исключается возможность попадания жидкости из колбы в приемник, так как оба горла колбы соединены между собой и в случае внезапного вскипания жидкость попадает в расширенную часть и стекает обратно в колбу.

Колбы Арбузова обычно бывают емкостью от 20 до 1000 *мл*.

Аллонжи — стеклянные изогнутые трубки (рис. 62). Аллонжи применяют при перегонке для соединения холодильника с приемником и при других работах.

К широкому концу аллонжа вначале подбирают пробку, в которой просверливают отверстие для форштоса холодильника. Форштос холодильника должен входить в аллонж на 3—4 *см*. Узкий конец аллонжа опускают в приемник.

Эксикаторы — приборы, применяемые для медленного высушивания и для сохранения веществ, легко поглощающих влагу из воздуха. Эксикаторы закрывают стеклянными крышками, края которых притерты к верхней части цилиндра. Различают два основных типа эксикаторов: обыкновенные (рис. 63) и вакуум-эксикаторы (рис. 64). Последние имеют отверстие, в которое на резиновой пробке вставляют трубку с краном или же в крышке имеется тубус с притертой пробкой, к которой припаяна стеклянная трубка с краном; это дает возможность соединять эксикатор с вакуум-насосом и, создавая внутри эксикатора уменьшенное давление, вести высушивание под вакуумом (рис. 65). Между вакуум-эксикатором



Рис. 63. Эксикатор.

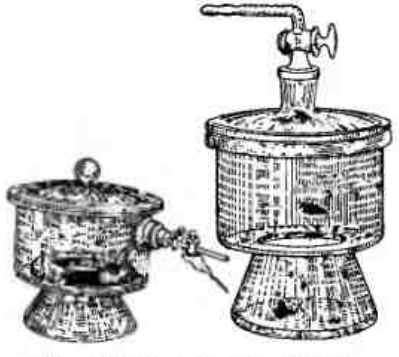


Рис. 64. Вакуум-эксикаторы.

1 и вакуум-насосом обычно помещают манометр *2* и предохранительную склянку *3*.

Некоторые вакуум-эксикаторы (см. рис. 64) имеют приспособление для обогрева при помощи электричества. В таком эксикаторе возможно вести высушивание в вакууме при подогреве.

Впускать воздух в вакуум-эксикатор нужно очень осторожно, так как струя врывающегося воздуха может разбросать высушиваемое вещество. Поэтому впускной кран нужно поворачивать очень медленно и поднимать крышку только через несколько минут после того, как впускной кран будет приоткрыт.

Внутрь эксикатора, на дно цилиндра, над конусообразной частью, обычно кладут фарфоровую вкладку (рис. 66). Вместо вкладок можно пользоваться обычным стеклом (кроме тех случаев, когда в эксикатор ставят горячие тигли). Класть стекло нужно на пробки, чтобы

не изолировать цилиндрическую часть эксикатора от конусообразной.

При работе с эксикатором необходимо следить, чтобы притертые части всегда были слегка смазаны вазелином или другой смазкой.

Эксикаторы очень часто приходится переносить с места на место, и при этом нередки случаи, когда крышка со-

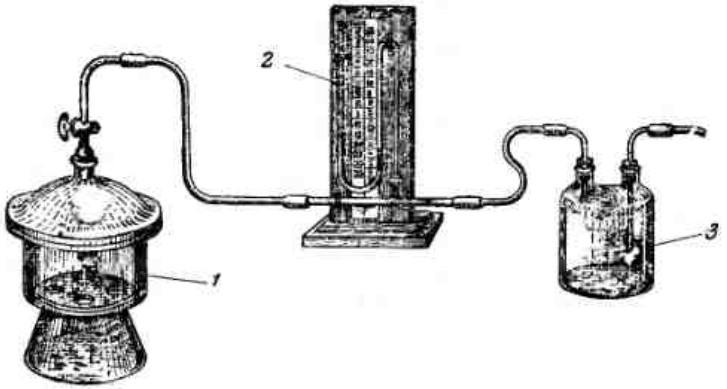


Рис. 65. Схема соединения вакуум-эксикатора с вакуум-насосом:
1 — вакуум-эксикатор; *2* — манометр; *3* — предохранительная склянка.



Рис. 66. Фарфоровые вкладки для эксикаторов.

скальзывает и разбивается. Поэтому при переноске эксикатора обязательно нужно придерживать крышку (рис. 67).

Если в эксикатор ставят горячие тигли, то вследствие нагревания воздуха крышка иногда приподнимается, при этом она может соскользнуть и разбиться. Поэтому, поместив горячий тигель в эксикатор и накрыв его крышкой, ее некоторое время притирают, т. е. двигают вправо и влево. При остывании тигля внутри эксикатора создается небольшой вакуум и крышка держится очень плотно. Чтобы открыть эксикатор, нужно не поднимать крышку, а сначала сдвинуть ее в сторону, после чего она легко снимается (рис. 68).

Для того чтобы облегчить снимание крышки с вакуум-эксикатора, рекомендуется помещать полиэтиленовую прокладку между фланцами крышки и эксикатора. Прокладка приклеивается к фланцу эксикатора вакуумной смазкой. Смазывать крышку не следует. В эксикаторе с такой прокладкой вакуум удерживается до 3 дней.



Рис. 67. Положение рук при переноске эксикатора.



Рис. 68. Открывание эксикатора.

В качестве водопоглощающих средств для снаряжения эксикаторов применяют различные поглотители.

Ниже приведены наиболее распространенные поглотители и способы их применения.

Хлористый кальций применяют только прокаленный, в виде кусков, но ни в коем случае не пылевидный или мелкораздробленный. Эксикатор наполняют кусками хлористого кальция приблизительно на одну треть высоты его конической части.

Серная кислота концентрированная (95—96%). Чтобы уменьшить опасность разбрызгивания или расплескивания кислоты, коническую часть эксикатора следует заполнить песком, стеклянными шариками (стеклянная дробь) или кольцами Рашига диаметром 4 *мм*.

Кислоту меняют, когда она потемнеет.

Пары серной кислоты насыщают воздух, содержащийся в эксикаторе; поэтому применять серную кислоту нельзя, если она может каким-либо образом взаимодействовать с высушиваемым веществом.

Силикагель и окись алюминия (безводная). Для удобства наблюдения за состоянием адсорбентов к ним прибавляют немного хлористого кобальта. Поэтому безводные силикагель и окись алюминия окрашены в синий цвет, при поглощении влаги они приобретают розовую окраску.

Насыщенные водой поглотители регенерируют нагреванием: силикагеля при температуре не выше 200° С, окиси алюминия — не выше 175° С.

Пятиокись фосфора (фосфорный ангидрид) P_2O_5. Это наиболее действенное высушивающее средство. Фосфорный ангидрид меняют, когда он расплывется.

Характеристики поглотителей, применяемых для снаряжения эксикаторов, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Водопоглощающие вещества и их характеристики

Высушивающее вещество	Температура °С	Количество воды, остающееся в 1 *л* воздуха, *мг*
Хлористый кальций $CaCl_2$	25	0,36
Серная кислота H_2SO_4, 95—96%-ная	25	0,03
Силикагель SiO_2	30	0,03
Окись алюминия Al_2O_3	30,5	0,005
Пятиокись фосфора P_2O_5	25	$2 \cdot 10^{-5}$
Хлорнокислый барий $Ba(ClO_4)_2$	30,5	0,82
Едкий натр NaOH	30,5	0,8
Едкое кали KOH	30,5	0,014
Окись кальция CaO	30,5	0,003
Ангидрон $Mg(ClO_4)_2$	30,5	0,002
Окись бария BaO	30,5	0,0007

Перед работой новые вакуум-эксикаторы нужно обязательно испытать. Особенно это относится к большим вакуум-эксикаторам. Перед испытанием нового вакуум-эксикатора его вначале следует завернуть в полотенце или старый халат и только после этого откачивать воздух.

Испытание вакуум-эксикатора следует проводить при максимально возможном вакууме и продолжать не менее 15 *мин*.

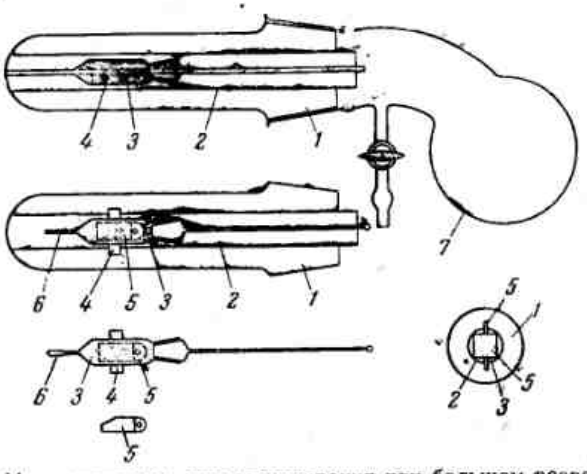


Рис. 69. Микроэксикатор для высушивания при большом разрежении:
1 — трубка эксикатора; *2* — направляющая трубка; *3* — пробирка с пробкой; *4* — направляющие выступы пробирки; *5* — лодочка; *6* — палочка, припаянная к пробирке; *7* — часть, в которую помещают высушиваемое вещество.

При микрохимических работах для высушивания различных веществ применяют микроэксикаторы (рис. 69). В таких эксикаторах можно проводить высушивание под вакуумом. В трубку *1* помещают лодочку с державкой. В лодочку кладут высушиваемое вещество. Для ускорения высушивания в приборе создают вакуум. При необходимости прибор можно нагревать.

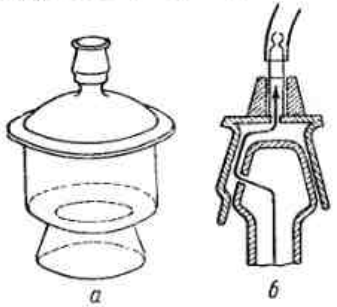


Рис. 70. Кап-эксикатор:
а — эксикатор; *б* — замок.

Из новых форм эксикаторов следует остановиться на так называемом кап-эксикаторе (рис. 70). Особенностью его является то, что в нем можно высушивать как при нормальном давлении, так и под вакуумом. В крышке кап-эксикатора имеется устройство (рис. 70, *б*) в форме колпакообразного замка, пришлифованного к головке на

крышке эксикатора. В этой головке есть отверстие, а колпак со шлифом внутри с одной стороны имеет выступ с бороздкой. При поворачивании колпака эта бороздка совмещается с отверстием в головке, образуя канал, через который откачивают воздух из эксикатора. Верхняя наружная поверхность колпака отшлифована плоско и имеет в центре отверстие. К верхней поверхности, над отверстием, прижимают резиновую пробку, через центр которой проходит стеклянная трубка, соединенная резиновой трубкой с вакуум-насосом. Таким образом, стеклянный кран обычных вакуум-эксикаторов у кап-эксикатора заменен колпаком. При достижении нужного разрежения колпак поворачивают так, чтобы закрылось боковое отверстие. Для того, чтобы колпак легко поворачивался, и для большей герметичности шлиф следует смазывать специальной смазкой (см. гл. 24 «Некоторые полезные рецепты»).

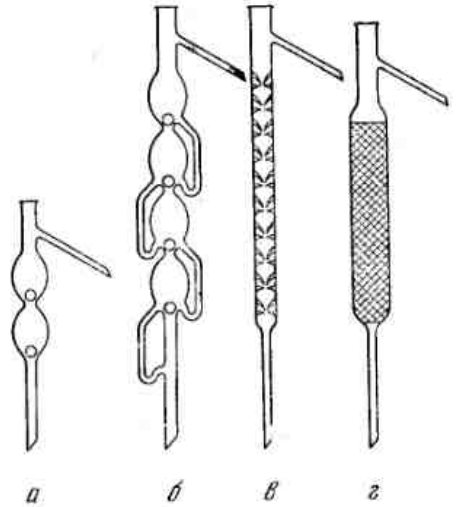


Рис. 71. Дефлегматоры:
а и *б* — шариковые; *в* — елочный; *г* — с насадкой.

Дефлегматоры (рис. 71), или насадки для дистилляции, представляют собой трубки, снабженные расширениями и имеющие в верхней части отводную трубку. Дефлегматоры применяют при фракционной перегонке (см. гл. 12 «Дистилляция»), они бывают самых разнообразных форм и размеров. При работе с дефлегматорами нужно соблюдать осторожность, так как они легко ломаются.

Иногда в лабораториях применяют насадку Гемпеля (рис. 72). Широкая часть этой насадки заполнена стеклянными бусами, что значительно увеличивает поверхность охлаждения.

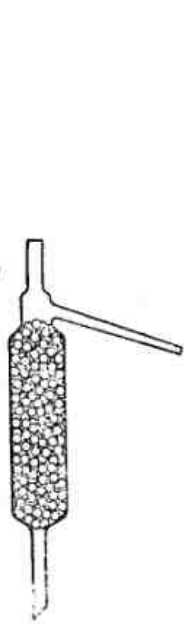


Рис. 72. Насадка Гемпеля.

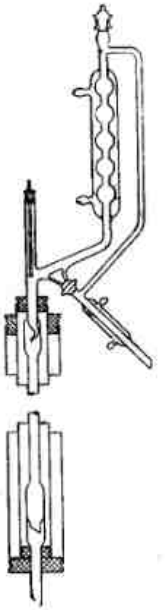


Рис. 73. Колонка полной конденсации (один из вариантов).

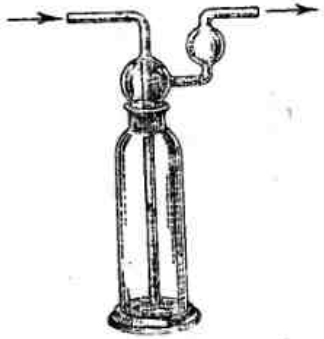


Рис. 74. Склянка Дрекселя.

Кроме стеклянных бус, в качестве насадок для дистилляционных колонок или дефлегматоров часто применяют металлические сетки, кольца, спирали и пр. из материалов, на которые перегоняемая жидкость не действует.

Дефлегматор, вставленный нижним концом в резиновую или корковую пробку, укрепляют в горле колбы. В верхнее отверстие вставляют термометр, причем следует соблюдать те же условия, что и при оборудовании колб Вюрца и Клайзена. Отводную трубку дефлегматора соединяют с холодильником. Дефлегматоры дают возможность

фракционировать смеси с большой тщательностью, отбирая фракции, перегоняющиеся при температуре в пределах до 1° С.

Колонки полной конденсации. Для очень точного разделения вещества методом фракционной перегонки применяют колонки полной конденсации. Они бывают различных конструкций. На рис. 73 приведена колонка простейшей конструкции. Колонки монтируют в прибор для перегонки и применяют вместо дефлегматоров, так как колонки превосходят их по производительности и чистоте разгонки.

Колба, из которой проводят перегонку, должна иметь горло с рантом. При разгонке, во избежание потерь, кольцевой желоб, образующийся между пробкой и рантом, замазывают густой замазкой. При высыхании ее образуется прочный слой, через который пар не может прорваться.

Склянки Дрекселя (рис. 74). Склянка представляет собой цилиндр со стеклянной пробкой, через которую до самого дна цилиндра проходит трубка, от трубки же отходит отводная трубка. Склянки Дрекселя употребляют для промывки газов; для этого в склянку не больше чем до половины наливают соответствующую жидкость (воду, серную кислоту и т. д.), затем, плотно закрыв пробку, соединяют трубку, доходящую до дна, с источником газа; промытый или высушенный газ выходит из отводной трубки. Эти склянки бывают различной емкости. Склянку Дрекселя можно заменить промывалкой (см. стр. 52) или же двугорлой склянкой Вульфа, которую в этом случае снабжают двумя трубками.

Склянки Вульфа (с двумя или тремя горлами) служат для тех же целей, что и склянки Дрекселя. Эти склянки можно также применять в качестве реакционных сосудов при получении газообразных продуктов и в качестве предохранительного сосуда при водоструйных насосах.

Склянки Вульфа (рис. 75) большой емкости можно использовать для хранения титрованных растворов.

Иногда склянки Вульфа имеют в нижней части тубус.

Склянки Тищенко (рис. 76) отличаются от склянок Вульфа тем, что внутри имеют перегородку, делящую склянку на две сообщающиеся между собой части.

Есть два типа склянок Тищенко: для жидкостей и для твердых тел. У склянок для жидкостей внутренняя перегородка доходит до дна и обе половины сообщаются при

помощи отверстия в середине перегородки у самого дна. В склянках для твердых тел перегородка немного не доходит до пробки, которая служит дном.

Склянки Тищенко служат для промывания и высушивания газов. Для этого в склянку наливают не более чем на $^1/_4$ промывную или высушивающую жидкость. Иногда склянки Тищенко применяют в качестве предохранительных склянок при вакуум-насосах, но для этой цели они менее удобны, чем склянки Вульфа.

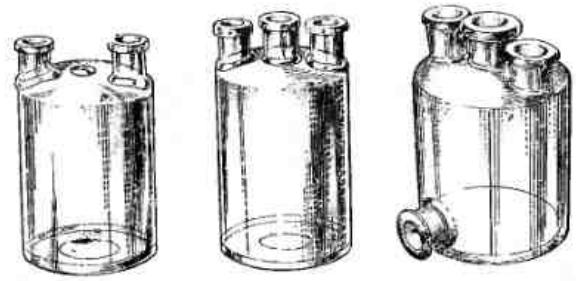


Рис. 75. Склянки Вульфа.

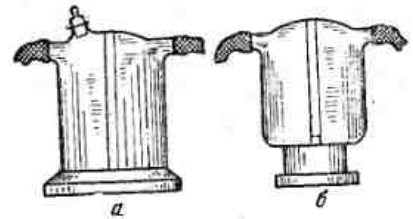


Рис. 76. Склянки Тищенко:
а — для жидких поглотителей; *б* — для твердых поглотителей.

Промывалка Хюбнера для газов (рис. 77). Промывалка состоит из основного корпуса, внутри которого находится сосуд *1*, содержащий промывную жидкость. Промывная жидкость при помощи сифона может переливаться в части *2* и *3* прибора. Газ через боковой патрубок поступает в часть *2* и через отверстия *4* в часть *3*, но может также пройти из части *3* в часть *2*. В обоих случаях высота столба жидкости в сифоне показывает среднее давление в последующей аппаратуре.

Редуктор Джонса. Для восстановления того или иного элемента до низших степеней валентности раствор пропус-

кают через слой подходящего гранулированного металла или амальгамы, помещенных в стеклянную трубку. Обычно для проведения этого процесса применяют редуктор Джонса (рис. 78). Редуктор состоит из стеклянной трубки диаметром 18—20 *мм* и длиной 35—55 *см*, в нижней части ее имеется стеклянный кран.

Выше крана внутри трубки помещают фарфоровый перфорированный диск, затем немного стеклянной ваты для предупреждения засорения стеклянного крана вос-

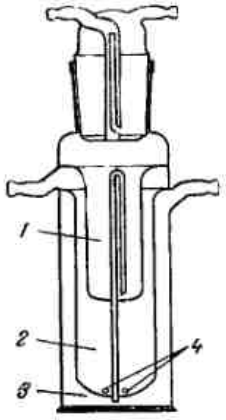


Рис. 77 Промывалка Хюбнера.



Рис. 78. Редуктор Джонса.

становителем. Конец трубки вставлен в резиновую пробку, закрывающую горло колбы для фильтрования соответствующей емкости (обычно 500 *мл*). Колба присоединена к вакуум-насосу.

Стеклянную трубку редуктора перед использованием заполняют дистиллированной водой и постепенно, мелкими порциями, вносят в нее нужное количество выбранного твердого восстановителя, уплотняя его стеклянной палочкой. Нужно заботиться о том, чтобы в промежутках между зернами твердого восстановителя не оставался воздух. Слой твердого восстановителя в редукционной бюретке обычно не превышает 30 *см*.

В качестве твердых восстановителей применяют амальгамированный цинк, металлические кадмий, висмут и др.

Для предупреждения окисления твердых восстановителей трубку оставляют наполненной водой и закрывают пробкой. Перед употреблением восстановитель промывают несколько раз (не менее 4 раз, лучше больше) 2 н. раствором серной кислоты, применяя каждый раз 25—30 *мл* жидкости.

Нужно следить за тем, чтобы уровень жидкости в трубке всегда был на 3—4 *мм* выше слоя восстановителя. Это необходимо для предупреждения попадания пузырьков воздуха между зернами твердого восстановителя.

Количество восстановителя, заполняющего трубку, бывает достаточно на несколько десятков (30—50) определений, что зависит от концентрации восстанавливаемого иона в исследуемом растворе.

Скорость пропускания исследуемого раствора через слой твердого восстановителя регулируют стеклянным краном и устанавливают опытным путем, т. е. проверкой пропущенной через восстановитель жидкости на восстанавливаемый ион. Для этого достаточно взять каплю жидкости и проделать с ней качественную реакцию на окисленную форму иона. Если этот ион обнаруживается, жидкость снова пропускают через редукционную бюретку. Обычно раствор пропускают со скоростью около 10 *мл/мин*.

После восстановления твердый восстановитель промывают 5—6 раз 2 н. раствором серной кислоты, применяя каждый раз не более 30 *мл* жидкости, а затем один раз таким же количеством воды.

Раствор, вытекающий из редукционной бюретки, собирают в коническую колбу.

Более удобны редукторы Джонса, у которых вместо фарфорового перфорированного диска в трубку вплавлен крупнопористый фильтр из прессованного стекла.

Аппарат Киппа (рис. 79) служит для получения двуокиси углерода, сероводорода и других газов. Нижняя часть аппарата состоит из широкого резервуара *1* (у некоторых аппаратов этот резервуар имеет тубус); над ним находится шарообразное расширение *2*, имеющее тубус *3* для отвода газа; верхняя часть аппарата представляет собой грушевидную воронку *5*.

Верхнюю часть прибора вставляют в нижнюю через горло *4* шарообразного расширения *2*. В этом месте верхняя часть аппарата Киппа притерта к нижней.

Для того чтобы зарядить аппарат Киппа, поступают следующим образом.

Сначала вынимают резиновую пробку из тубуса *3* и через него в среднюю расширенную часть *2* аппарата вводят вещество, служащее для получения газа (мрамор — для получения двуокиси углерода, сернистое железо — для получения сероводорода, цинк — для получения водорода и т. д.). Куски насыпаемого твердого вещества должны быть не менее 1 *см*^{3}, но и не очень большими. (Пользоваться порошком не рекомендуется, так как при этом слишком

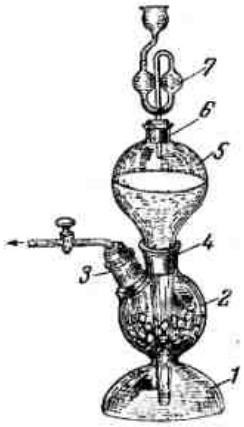


Рис. 79. Аппарат Киппа:
1 — резервуар; *2* — шарообразное расширение; *3* — тубус для отвода газа; *4* — горло шарообразного расширения; *5* — грушевидная воронка; *6* — горло воронки; *7* — предохранительная воронка.

бурно выделяется газ и возможен прорыв его через верхнюю часть.) В тубус *3* вставляют резиновую пробку, снабженную трубкой со стеклянным краном. Затем в аппарат, открыв газоотводный кран тубуса *3*, наливают через горло *6* тот или иной раствор (например, разбавленный раствор соляной кислоты при получении двуокиси углерода, сероводорода или водорода). Жидкость наливают в таком количестве, чтобы уровень ее (при открытом газоотводном кране) достигал половины верхнего шарообразного расширения нижней части. Пропускают газ в течение 5—10 *мин*, чтобы вытеснить воздух из аппарата, после чего закрывают газоотводный кран, а в горло *6* вставляют предохранительную воронку *7*. Газоотводную трубку тубуса *3* соединяют с тем прибором, куда нужно пропускать газ.

Пока кран закрыт, выделяющийся газ вытесняет кислоту из шарообразного расширения аппарата и последний

перестает работать. Если же открыть газоотводный кран, кислота вновь попадает в резервуар с мрамором или с другим веществом и аппарат начинает работать.

Аппарат периодически очищают, заряжают его свежими веществом и кислотой. При очистке аппарата, когда из него удалены кислота и куски непрореагировавшего вещества, его следует промыть водой.

При разборке (проводить которую нужно под тягой) у обычных аппаратов вначале вынимают предохранительную воронку и аппарат закрывают резиновой пробкой. После этого вынимают верхнюю часть, осторожно поворачивая ее вокруг оси; необходимо иметь наготове какой-либо сосуд, в который выливают кислоту, содержащуюся в вынимаемой верхней части аппарата Киппа. Далее, повернув нижнюю часть аппарата, высыпают из нее вещество, служившее для получения того или иного газа, и выливают кислоту в заранее приготовленную посуду. Только после этого аппарат промывают водой.

Для разборки аппаратов с тубусом в нижнем резервуаре сперва открывают тубус нижней широкой части аппарата и сливают через него кислоту; затем споласкивают сосуд водой и, если нужно, разбирают весь аппарат. Когда ограничиваются только сменой кислоты, то после ополаскивания сосуда водой тубус снова плотно закрывают, привязывают пробку и через горло *6* наливают свежий раствор кислоты.

Выделяющийся из аппарата Киппа газ может захватывать мелкие капли кислоты и частицы твердого вещества (например, FeS при получении H_2S, мрамор при получении CO_2 и пр.), поэтому газ для промывания следует пропускать через предохранительную склянку Вульфа, в которую наливают воду. Эта буферная склянка может быть соединена с другой склянкой для высушивания. Для этой же цели можно применять и газопромыватели.

Аппараты Киппа бывают различных размеров. Однако они мало удобны, когда требуются небольшие количества газов; поэтому для работы по микро- или полумикроанализу для получения газов применяют другие, упрощенные аппараты, работа которых построена по принципу работы аппарата Киппа.

С упрощенным аппаратом (рис. 80) можно работать без тяги, так как количество газа, получаемое с его помощью, очень невелико.

Чтобы собрать и зарядить прибор, сначала в прорези пробки *4* вставляют трубки *6* и *7* и конец трубки *6* вставляют в пробку *2* (пробки следует подобрать заранее). В трубку *1* (или в пробирку с отрезанным дном) помещают немного чистого асбеста или стеклянной ваты и кладут на них несколько кусочков вещества, служащего для получения газа, закрывают пробирку пробкой *2* и открывают кран *5*.

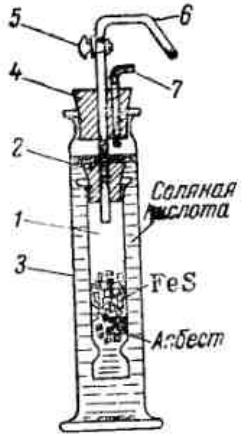


Рис. 80. Прибор для получения малых количеств газа:

1 — трубка или пробирка с отрезанным дном; *2*, *4* — пробки; *3* — цилиндр; *5* — кран; *6*, *7* — газоотводные трубки.

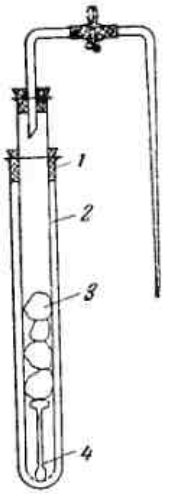


Рис. 81. Микрогенератор для получения газа:

1 — резиновая пробка; *2* — пробирка; *3* — куски FeS; *4* — стеклянная палочка с расплющенным концом.

В чистый пустой цилиндр *3* наливают 10%-ную соляную кислоту, которая должна занимать не больше $^2/_3$ и не меньше $^1/_3$ объема цилиндра. Пробирку опускают в цилиндр с кислотой (при этом кран *5* должен быть открытым) и, как только начнется выделение газа, кран *5* закрывают. Выделяющийся газ вытеснит всю кислоту из пробирки в цилиндр. Если газа выделится очень много, он будет проходить через слой жидкости в цилиндре и выходить наружу через трубку *7*. Таким образом, давление газа в пробирке уравновесится с наружным. При открывании крана *5* кислота из цилиндра снова поступает в пробирку и выделение газа возобновляется. Выделяющийся газ выходит из прибора по трубке *6*.

Микрогенератор (рис. 81) для получения газа можно сделать из пробирки диаметром 20 *мм*. Внутрь этой пробирки вставляют другую на резиновой пробке. У внутренней пробирки в донной части сделано одно широкое или несколько мелких отверстий. Внутрь этой пробирки помещают кусок стеклянной палочки с расплющенным концом. На эту палочку кладут куски твердого вещества, например сернистого железа. Кислота наливается в широкую пробирку. Образующийся газ отводится по трубке, снабженной краном или зажимом Мора, который открывают только тогда, когда нужно получить газ.

Капельницы (рис. 82) — сосуды для жидкостей, расходуемых по каплям. Наибольшим распространением пользуются: капельницы, снабженные стеклянной пробкой с желобком, через который жидкость может вытекать каплями; капельницы, в пробку которых вставляют маленькую пипетку, снабженную резиновым баллоном; капельницы, в пробку которых вставляют оплавленную стеклянную палочку.

При выборе капельниц для лаборатории предпочтение следует отдавать капельницам второго типа, так как они являются наиболее удобными.

При отсутствии готовой капельницы ее можно изготовить самому. К склянке емкостью не более 50 *мл* подбирают резиновую пробку, в которую вставляют вытянутую из стеклянной трубки пипетку. Суженная часть пипетки должна доходить почти до дна склянки и иметь внутренний диаметр на конце не меньше 1 *мм*. Над пробкой пипетка должна выступать не менее чем на 1,5—2 *см*. На этот выступающий конец надевают маленький резиновый баллончик или кусочек резиновой трубки длиной 3—5 *см*, верхний конец которой закрывают кусочком стеклянной палочки.

Капельные палочки. Это — изогнутые стеклянные палочки (рис. 83), при помощи которых можно выливать каплями жидкость из сосуда любой формы. Изменяя диаметр палочки, можно получать капли различного размера.

Хлоркальциевые трубки (рис. 84) применяют для предохранения различных веществ и растворов от попадания в них нежелательных примесей из воздуха, как, например, паров воды, двуокиси углерода и пр.

Сосуд с титрованным раствором щелочи для предохранения ее от действия двуокиси углерода обычно снабжают хлоркальциевой трубкой, наполненной кусками аскарита

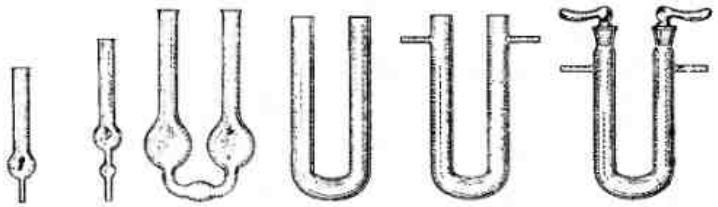
или натронной извести. Если нужно предохранить содержимое сосуда от попадания паров воды, то хлоркальциевую трубку наполняют прокаленным ангидроном или хлористым кальцием.



Рис. 82. Капельницы.



Рис. 83. Капельная палочка.



а *б*

Рис. 84. Хлоркальциевые трубки:
а — простые; *б* — U-образные.

Для наполнения простой хлоркальциевой трубки (рис. 85) прежде всего в шарообразную часть ее кладут чистую вату так, чтобы она заполнила шарик не менее чем на половину. Затем насыпают поглотительное вещество (поглотитель) в виде зерен величиной с горошину, крупные куски применять не следует, так как адсорбирующая поверхность у них относительно меньше. Насыпанный слой поглотителя должен не доходить до конца трубки на 1—1,5 *см*. Сверху кладут небольшой слой чистой ваты и хлоркальциевую трубку закрывают пробкой, в которую вставлена небольшая стеклянная трубка.

Нужно помнить, что нельзя набивать туго ни вату, ни поглотитель, которым наполняют трубку.

Хлоркальциевую трубку присоединяют к сосуду при помощи резиновой трубки.

Хлористый кальций для заполнения трубки берут только свежепрокаленный. Хлористый кальций и натронную известь следует менять не реже чем один раз в полгода (в зависимости от условий применения трубки).

Для поглощения паров воды лучше применять $Mg(ClO_4)_2$ (ангидрон), являющийся лучшим водопоглощающим соединением. Для поглощения двуокиси углерода чаще всего применяют аскарит. Он поглощает в 5—10 раз больше CO_2, чем натронная известь. Недостатком аскарита является то, что при поглощении CO_2 он набухает, что может привести к закупориванию трубки. В таком случае раскаленной иглой или раскаленным шилом прокалывают образовавшийся твердый слой аскарита, он плавится, и в нем образуется канал. Трубкой с аскаритом можно пользоваться до тех пор, пока он не побелеет на конце, обращенном к прибору.

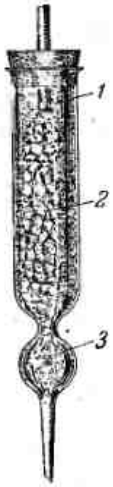


Рис. 85. Заряженная хлоркальциевая трубка:
1,3 — вата;
2 — поглотитель.

Отработанный аскарит удаляют из трубки растворением, но не механически. Трубки с аскаритом помещают в теплую воду, время от времени перемешивая ее и меняя. Растворение ускоряется, если применять не воду, а растворы соляной кислоты, однако это может привести к растрескиванию трубки.

Переходные оливы (рис. 86)—стеклянные трубки, на концах которых сделан ряд утолщений с убывающими диаметрами, предназначенные для соединения резиновых трубок различного диаметра.



Рис. 86. Переходные оливы.

Каплеуловители — стеклянные приборы, применяемые при некоторых исследованиях и анализах. Они предназначены для улавливания капель, уносимых парами кипящей жидкости, или для улавливания воды при определении содержания ее аппаратом Дина и Старка.

Существует несколько типов каплеуловителей. На рис. 87 показан каплеуловитель, известный в лаборатори-

ях под названием насадки Кьельдаля. Насадка Кьельдаля была применена впервые как часть аппарата для перегонки жидкости. При перегонке жидкости насадку вставляют нижним концом в сосуд с кипящей жидкостью, а верхним — в холодильник.

Более удобен в работе так называемый чешский каплеуловитель (рис. 88). Его можно применять почти во всех случаях, когда необходимо отделять капли от пара жидкости. Пар с капельками жидкости поступает в каплеуловитель через трубку *1* и затем распределяется



Рис. 87. Насадка Кьельдаля.

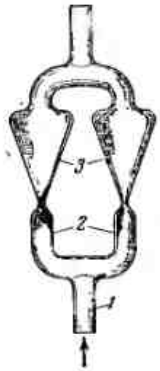


Рис. 88. «Чешский» каплеуловитель:
1 — входная трубка; *2* — цилиндрические трубки; *3* — конусообразные трубки.

по трубкам *2*. В результате этого скорость движения пара уменьшается и наиболее крупные капельки жидкости, унесенные паром, оседают на стенки и стекают обратно в сосуд. Затем пар попадает в конусообразные части *3* каплеуловителя, где объем пара увеличивается, при этом пар несколько охлаждается и унесенные мелкие капли оседают на стенках конусообразных трубок и стекают в сосуд. Пар, проходя через жидкость, стекающую по сужениям в трубках *2*, дополнительно освобождается от капелек жидкости. Через верхнее отверстие насадки пар поступает в дефлегматор, холодильник и т. п.

Каплеуловители с водяным затвором. Каплеуловитель с водяным затвором (рис. 89,*а*) присоединяют к пароотводной трубке, вставленной в пробку колбы. В расширенную часть каплеуловителя наливают воду так, чтобы конец внутренней трубки погрузился в жидкость примерно на 1 *см*. При кипячении пар проходит через воду и капли задерживаются в ней.

После окончания нагревания давление внутри колбы с кипящей жидкостью уменьшается и в нее засасывается часть воды из каплеуловителя.

Этот каплеуловитель используют и как счетчик капель.

При некоторых анализах применяют каплеуловитель по Ульшу (рис. 89, *б*). Принцип действия данного прибора такой же, как и описанного выше.

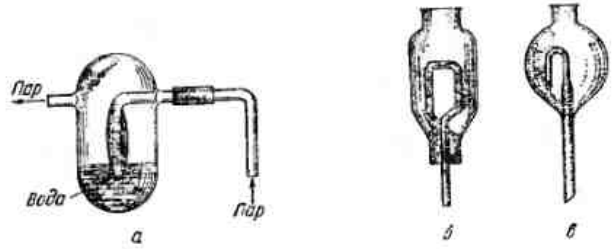


Рис. 89. Каплеуловители с водяным затвором:
а — обыкновенный; *б* — по Ульшу; *в* — насадка Конта-Геккеля.

При проведении аналитических работ иногда применяют насадку Конта — Геккеля (рис. 89, *в*), являющуюся капле- и газоуловителем. Насадку вставляют в горло конической колбы через резиновую или корковую пробку. Воду или другую поглощающую жидкость наливают в эту насадку так, чтобы кончик загнутой трубки был только немного погружен в жидкость. Капли жидкости и пар при кипячении проходят через небольшой слой поглотителя. При остывании в колбе создается вакуум и часть жидкости из насадки засасывается в колбу. Если попадание поглотителя в колбу нежелательно, то насадку вынимают сразу же после прекращения нагревания.

Толстостенный колпак, или колокол (рис. 90). Толстостенный колпак, или колокол, используют в лабораториях для различных целей. Имеется три разновидности этих колпаков: с верхним тубусом, с боковым тубусом и без тубуса, со стеклянным шаром в верхней части для удерживания колпака или колокола. Последний вид чаще всего используют для защиты различных приборов, например микроскопа и инструментов, от пыли, для хранения пре-

паратов, осадков и пр. Два первых вида иногда используют вместо эксикаторов, для хранения веществ в атмосфере инертного газа и пр. Для этих целей колпак с предварительно смазанными вазелином или другой смазкой краями помещают на кусок стекла, лучше заркального, и притирают его. Верхний или боковой тубус закрывают резиновой пробкой с вставленным в нее двухходовым или

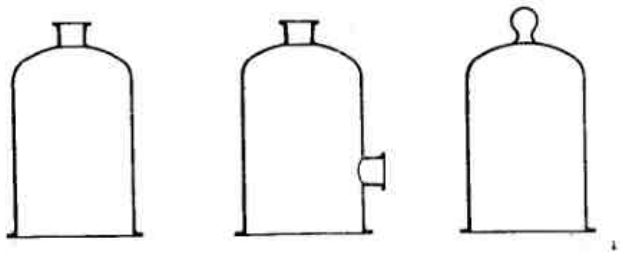


Рис. 90. Толстостенные колпаки, или колоколы.

трехходовым стеклянным краном. Через этот кран колпак или колокол можно соединить с вакуум-насосом или с источником инертного газа.

Лабораторная стеклянная посуда с нормальными шлифами

Наиболее удобны в обращении приборы, части которых соединяются на шлифах, так как пришлифованные соединения очень надежны и обеспечивают полную герметичность прибора.

В СССР введены так называемые нормальные шлифы, имеющие совершенно определенные, стандартные размеры, что дает возможность заменять разбившуюся часть прибора другой со шлифами того же номера. Номер шлифа определяется его наибольшим диаметром. У всех нормальных шлифов конусность принята равной 1 : 10.

Ниже приведены номера шлифов и их применение:

№ шлифа	Применение
7,5—10 . .	Для микроаппаратуры и термометров
14,5	Для малогабаритной аппаратуры
29	Для обычной аппаратуры (основной размер шлифа)
45	Для крупной аппаратуры

Кроме того, имеются переходные шлифы, представляющие собой трубки разной длины с различными номерами шлифов на концах. При помощи их можно соединить две части с различными номерами шлифов.

С нормальными шлифами выпускаются различные колбы емкостью от 10 до 1000 *мл*, промывалки, насадки, холодильники, дефлегматоры, делительные и капельные воронки, переходные шлифы, пробки, различные лабораторные приборы и части к ним.

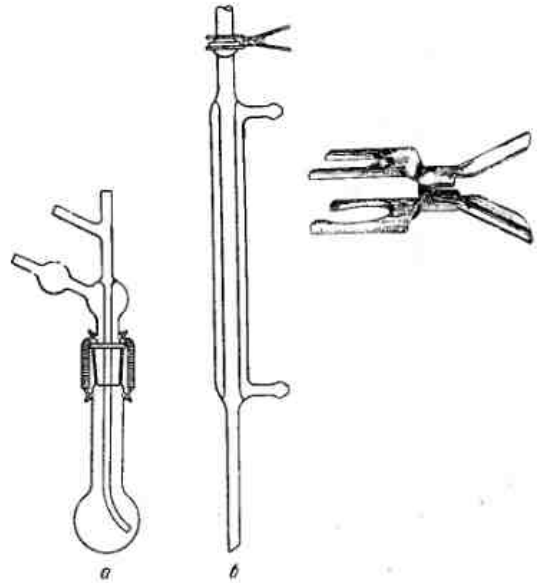


Рис. 91. Уплотнение шлифов:
а — пружинами; *б* — зажимами.

В большом количестве выпускаются отдельно наружные и внутренние шлифы, которые используют для монтажа различной аппаратуры и для ремонта приборов.

Шлифы при соединении частей следует хорошо притирать. Если позволяют условия работы, их полезно смазывать тонким слоем специальных смазок (см. гл. 26) для более легкого соединения и разъединения пришлифованных частей, а также для более надежной герметичности мест соединения.

Для надежного соединения шлифов иногда применяют различные способы уплотнения (рис. 91). Иногда шлифы стягиваются двумя спиральными пружинами из тонкой проволоки, надеваемыми своими концами на крючки, имеющиеся на наружной стороне шлифов один против другого (рис. 91, *а*). Шлифы соединяют также при помощи зажима с сильной пружиной или муфтами.

Шлифы необходимо уплотнять в тех случаях, когда внутри прибора со шлифами создают повышенное давление или когда, даже при работе с открытыми сосудами, присоединенная на шлифе часть может отделиться под действием собственной массы.

Мерная посуда

Мерной называют посуду, применяемую для измерения объема жидкости.

Мерные цилиндры — стеклянные толстостенные сосуды с нанесенными на наружной стенке делениями, указывающими объем в миллилитрах * (рис. 92). Они бывают самой разнообразной емкости: от 5—10 *мл* до 1 *л* и больше. Чтобы отмерить нужный объем жидкости, ее наливают в мерный цилиндр до тех пор, пока нижний мениск не достигнет уровня нужного деления.

Иногда встречаются цилиндры, снабженные притертыми пробками. Обычно их применяют только лишь при специальных работах.

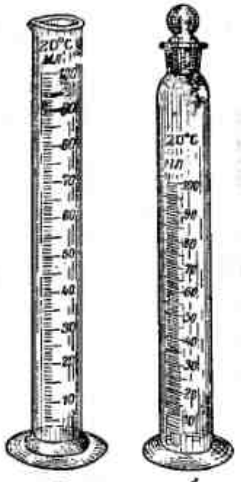
Кроме цилиндров, для той же цели употребляют м е н з у р к и (рис. 93). Это сосуды конической формы, на стенке которых имеются деления. Они очень удобны для отстаивания мутных жидкостей, когда осадок собирается в нижней, суженной части мензурки.

Пипетки служат для точного отмеривания определенного объема жидкости. Различают пипетки для жидкостей и газовые пипетки.

П и п е т к и д л я ж и д к о с т е й (рис. 94). Обычные пипетки (пипетки Мора) представляют собой стеклянные трубки небольшого диаметра с расширением посредине. Нижний конец пипетки слегка оттянут и имеет диаметр около 1 *мм*.

Пипетки бывают емкостью от 1 до 100 *мл*, в верхней части их имеется метка, до которой набирают жидкости.

Широко применяют также градуированные пипетки различной емкости, на наружной стенке которых нанесены деления в 0,1 *мл*.



а *б*

Рис. 92. Мерные цилиндры: *а* — обыкновенный; *б* — с притертой пробкой.



Рис. 93. Мензурка.

Для наполнения пипетки нижний конец ее опускают в жидкость и втягивают последнюю при помощи груши или ртом, но лучше при этом пользоваться специальными приспособлениями.

Засасывание жидкости нужно научиться делать отрывистыми сосательными движениями языка (или губами), но только не вдыхая воздух из пипетки (обычная ошибка начинающих). Проводя засасывание, нужно совершенно свободно дышать через нос и следить, чтобы кончик пипетки все время находился в жидкости. Жидкость набирают так, чтобы она поднялась на 2—3 *см* выше метки, затем быстро закрывают верхнее отверстие указательным пальцем правой руки, придерживая в то же время пипетку боль-

* В системе СИ (см. стр. 699) объем выражают в кубических метрах или его кратных долях ($см^3$, $дм^3$). Однако мерная посуда и приборы для измерения объема, применяемые до настоящего времени в лабораториях, градуированы во внесистемных единицах — миллилитрах (*мл*) или литрах (*л*), поэтому в данном пособии оказалось более целесообразным выражать объем в этих единицах.

шим и средним пальцами. Очень полезно указательный палец слегка увлажнить, так как влажный палец более плотно закрывает пипетку.

Когда пипетка наполнена, ослабляют нажим указательного пальца, в результате чего жидкость будет медленно вытекать из пипетки; как только нижний мениск жидкости окажется на одном уровне с меткой, палец сно-



а *б*

Рис. 94. Пипетки: *а* — простая; *б* — градуированная.

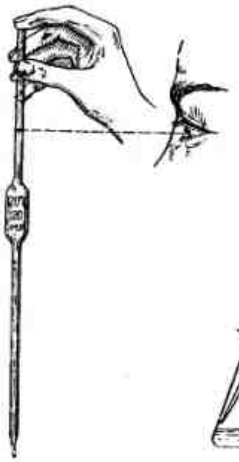


Рис. 95. Положение пипетки при установлении мениска на уровне метки.

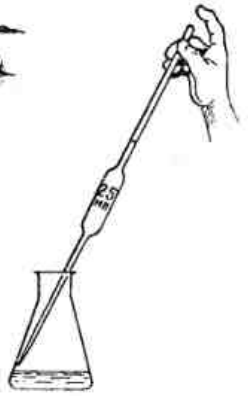


Рис. 96. Выливание раствора из пипетки.

ва прижимают (рис. 95). Если на конце пипетки после этого будет висеть капля, ее следует осторожно удалить. Введя пипетку в сосуд, отнимают указательный палец и дают жидкости стечь по стенке сосуда. После того как жидкость вытечет, пипетку держат в течение еще 5 *сек* (считая до 5) прислоненной к стенке сосуда, слегка поворачивая вокруг оси, после чего удаляют пипетку, не обращая внимания на оставшуюся в ней жидкость.

Выливание раствора из пипетки в коническую колбу показано на рис. 96. Очень важно, чтобы раствор стекал именно по стенке конической колбы и не разбрызгивался, так как при этом часть выливаемого раствора может попасть на стенку колбы и при последующем титровании не вступит в реакцию с раствором, выливаемым из бюретки.

Следует помнить, что объем жидкости, вытекающей из пипетки, зависит от способа вытекания и последний должен быть таким же, как и применяемый при калибровании пипеток*.

Поэтому *никогда не следует стремиться выгонять остатки жидкости из пипетки выдуванием или нагреванием рукой расширенной части пипетки.*

Для отбора растворов ядовитых веществ следует пользоваться или обычными пипетками с грушей, или пипетками, в верхней части которых выше метки имеется одно или два шарообразных расширения; раствор такой пипеткой отбирают также при помощи груши или другого приспособления.

Применение приспособления Гюппнера (рис. 97) предотвращает возможность попадания отбираемой жидкости в рот. Прибор состоит из довольно широкого цилиндрического сосуда *1*, суженного с обоих концов. Нижний конец сосуда припаян к пипетке. Засасывание проводят через верхний конец. Внутри цилиндра находится стеклянный поплавок *2*, который в нерабочем состоянии опирается на шипы *3*, не препятствуя току засасываемого воздуха. Если же жидкость проникает в цилиндр, поплавок всплывает и закрывает верхний конец прибора, вследствие чего подъем жидкости прекращается.

Для наполнения пипеток любыми жидкостями можно пользоваться приспособлением, изображенным на рис. 98. Это коническая колба, снабженная резиновой пробкой. В пробке делают два отверстия: одно — такого диаметра, чтобы в него свободно, но не болтаясь, входила трубка пипетки, другое — для стеклянной трубки, изогнутой под тупым углом (как у промывалки). В коническую колбу наливают жидкость, которую необходимо взять пипеткой. В пробку вставляют пипетку так, чтобы конец ее доходил почти до дна конической колбы. После этого, придерживая

---

* В СССР способ калибрования стандартизирован; стандартная температура +20 °С.

пробку рукой, вдувают в колбу через изогнутую трубку воздух при помощи резиновой груши или иного приспособления. В колбе создается небольшое давление, заставляющее жидкость заполнить пипетку. Когда уровень жидкости поднимется выше метки, пипетку или закрывают пальцем, как обычно, или же надевают на нее колпачок из резиновой трубки соответствующего диаметра, причем один конец

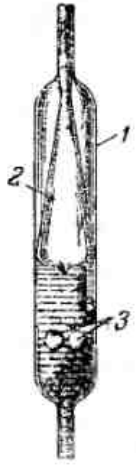


Рис. 97. Приспособление Гюппнера к пипетке:
1 — цилиндрический сосуд; *2* — стеклянный поплавок; *3* — шипы.

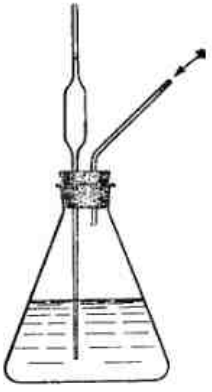


Рис. 98. Наполнение пипетки дурно пахнущими или ядовитыми веществами.



Рис. 99. Приспособление для заполнения пипетки (с бусиной).

этой трубки должен быть закрыт куском стеклянной палочки или маленькой пробкой. Уровень жидкости до метки доводят, как обычно.

Для предотвращения попадания вредных жидкостей в рот при засасывании применяют простое приспособление из небольшого отрезка резиновой трубки, внутри которой помещают стеклянный шарик (бусинку). Резиновую трубку надевают на верхний конец пипетки (рис. 99) и, надавливая рукой на трубку в том месте, где находится бусина, втягивают ртом, грушей или иным приспособлением жидкость в пипетку. Когда уровень жидкости будет находиться на расстоянии около 10 *мм* от черты, бусину отпускают и всасывание прекращают. Для наполнения пипетки до нужного уровня бусину передвигают к открытому концу трубки. В результате этого в пипетке создается вакуум и уровень жидкости поднимается. Передвигая бусину, можно очень точно отмерить заданный объем. Длина резиновой трубки должна быть около 15 *см*, а диаметр должен соответствовать диаметру верхней части пипетки. Чтобы вылить жидкость из пипетки, нужно или сжать трубку в том месте, где находится бусина, или же снять трубку.



Рис. 100. Резиновая насадка для наполнения пипеток.

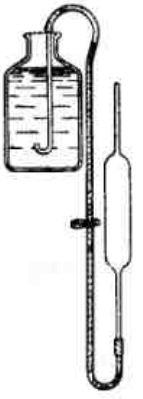


Рис. 101. Отбор пипеткой без засасывания (по принципу сифонирования).



Рис. 102. Пипетка для ядовитых жидкостей:
1, *2* — шарики для ртути.

Это приспособление очень удобно для работы с градуированными микропипетками, так как, передвигая бусину, можно точно регулировать количество вытекающей жидкости.

Надев на резиновую трубку, соединенную с пипеткой, зажим Мора или Гофмана, можно передвиганием его по трубке засасывать жидкость в пипетку.

Для наполнения пипеток емкостью до 50 *мл* применяют также насадку, приведенную на рис. 100. Эта насадка имеет три клапана, манипулируя которыми, можно наполнять и опорожнять пипетку. Эта насадка особенно удобна при работе с вредными или дурнопахнущими растворами, а также с аммиаком.

Для отбора пипеткой без засасывания в бутыль с раствором аммиака, сероводородной воды и других дурнопахнущих или вредных веществ опускают стеклянную трубку с загнутым концом (для предупреждения захвата осадков). На конец ее, выступающий из бутыли, надевают резиновую трубку (рис. 101) с зажимом Мора. Трубку до зажима каким-либо способом заполняют жидкостью. Чтобы набрать жидкость в пипетку, на сливной конец ее надевают свободный конец резиновой трубки и опускают его так, чтобы была разность уровней в бутыли и пипетке (как у сифона). Если левой рукой открыть зажим Мора, жидкость будет заполнять пипетку, и когда уровень ее дойдет до метки или немного перейдет его, указательным пальцем правой руки закрывают верхний конец пипетки и отпускают зажим.

Из пипеток особого устройства следует упомянуть об одной, наиболее удобной для отбора ядовитых жидкостей. Эта пипетка (рис. 102) снабжена резервуаром, состоящим из двух шариков. При наклонении пипетки таким образом, чтобы ртуть заполнила шарик *2*, часть воздуха из пипетки вытесняется. Затем конец пипетки вводят в жидкость и наклоняют пипетку так, чтобы ртуть перетекла в шарик *1*, при этом жидкость заполняет пипетку. Количество набранной жидкости зависит от угла наклона пипетки. Выливают жидкость, наклоняя пипетку так, чтобы ртуть из шарика *1* перелилась в шарик *2*. Верхний конец пипетки сделан в виде крючка, за который ее можно подвешивать.

Для отбора вредных веществ применяют также пипетку, указанную на рис. 103. Эта пипетка состоит из двугорлой склянки Вульфа *1*, резиновой груши *2* и собственно пипетки *3*. Последняя имеет изогнутый нижний конец, снабженный краном. Верхний открытый конец пипетки закрывают стаканчиком для предотвращения попадания в нее пыли. Жидкость поступает в пипетку через трубку, вставленную в склянку Вульфа почти до дна. Пипетка имеет два деления: вверху и внизу (на уровне крана).

Для наполнения пипетки закрывают кран и осторожно нажимают на грушу, в результате чего раствор по питающей трубке переливается в пипетку. Когда уровень жидкости поднимется немного выше верхней черты, грушу отпускают. После этого, открывая кран, дают вытечь части жидкости, чтобы вытеснить пузырьки воздуха, находящиеся в трубке с краном; повторно нажимая грушу, снова наполняют пипетку. Осторожно открывая кран, дают стечь избытку жидкости, так чтобы уровень ее оказался точно на верхней черте. Отмеренный объем жидкости выливают в сосуд, закрывая кран в тот момент, когда уровень жидкости достигнет нижней черты.

Для тех же целей применяют пипетку, показанную на рис. 104. Особенность ее состоит в том, что пипетка снабжена баллоном *1* емкостью 50 *мл* для отбираемой жидкости. Градуированная трубка пипетки бывает емкостью 5 и

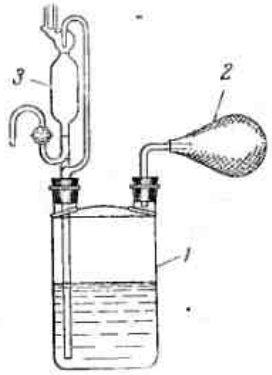


Рис. 103. Пипетка для вредных веществ:
1 — двугорлая склянка Вульфа; *2* — резиновая груша; *3* — пипетка.

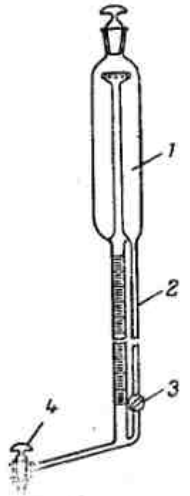


Рис. 104. Пипетка для ядовитых жидкостей:
1 — баллон; *2* — соединительная трубка; *3*, *4* — краны.

10 *мл*. Для заполнения пипетки открывают кран *3* на соединительной боковой трубке *2* и заполняют пипетку точно до метки. Затем кран боковой трубки закрывают. Для спуска жидкости открывают кран *4*.

Эта автоматическая пипетка может быть использована и в качестве бюретки для титрования.

Пипетку крепят в штативе при помощи большой муфты. Применяются автоматические пипетки (рис. 105) емкостью 1 и 10 *мл*, с притертой пробкой и без нее. Пипетку можно укрепить с помощью резиновой пробки на любой колбе. Для заполнения пипетки наклоняют колбу так,

чтобы жидкость вливалась в пипетку через внутреннее отверстие. Затем колбу приводят в первоначальное положение. При этом избыток жидкости стекает обратно в колбу. Отмеренный объем жидкости выливают через сливное отверстие.

В тех случаях, когда нужно отобрать пипеткой жидкость, в которой взвешены твердые частицы, к пипетке можно сделать приспособление для фильтрования набира-

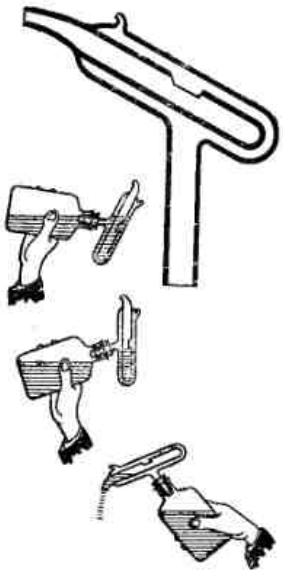


Рис. 105. Автоматическая пипетка.

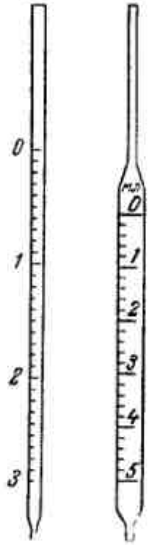


Рис. 106. Микропипетки.

емой жидкости. Оно состоит из небольшого куска стеклянной трубки, внутрь которой помещают какой-либо фильтрующий материал, например стеклянную вату. Стеклянную трубку соединяют с нижним концом пипетки при помощи небольшого куска резиновой, но лучше — прозрачной полиэтиленовой трубки и набирают фильтрующуюся жидкость обычным образом. После того как пипетка будет заполнена, приспособление снимают. В качестве фильтра можно применить фильтровальную палочку с вплавленным фильтром из прессованного стекла.

Для отмеривания малых объемов жидкостей применяют м и к р о п и п е т к и емкостью 1, 2, 3 и 5 *мл*. Микропипетки (рис. 106) часто градуируют, они имеют деления в 0,01 *мл*, что позволяет делать отсчет с точностью 0,002—0,005 *мл*.

Градуированной пипеткой можно отбирать не только один определенный объем жидкости (как обыкновенными пипетками), но любой в пределах ее емкости. Жидкость набирают в пипетку до нужной метки (нижний мениск

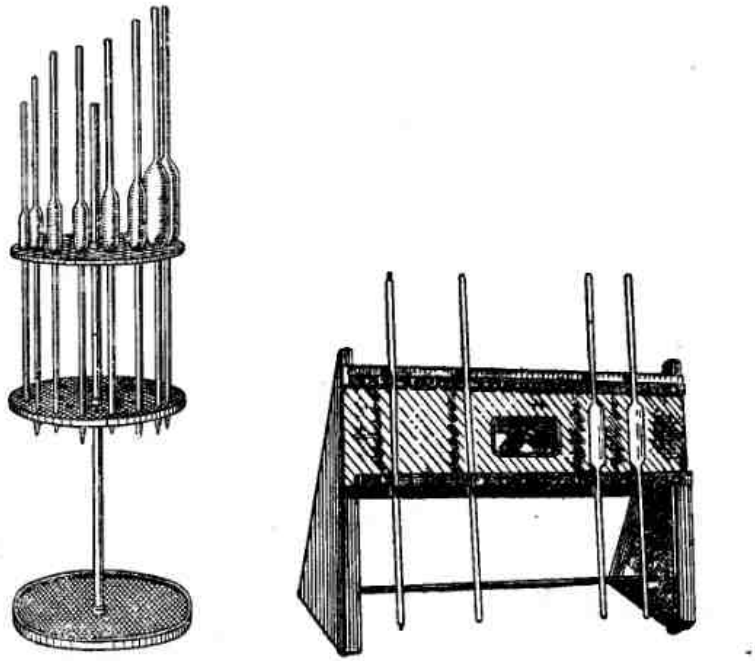


Рис. 107. Штативы для пипеток.

жидкости находится на уровне последней) и затем выливают ее, как обычно.

Пипетки должны быть всегда чисто вымытыми; их следует ставить в особый штатив (рис. 107) и закрывать сверху маленькими пробирками или куском чистой фильтровальной бумаги. Если штатива в лаборатории нет, пипетки можно хранить в стеклянном цилиндре, на дно которого предварительно кладут несколько слоев чистой фильтровальной бумаги, вырезанной кружками. После работы пипетку ополаскивают несколько раз дистиллированной

водой и помещают в стеклянный цилиндр, каждый раз заменяя верхний слой фильтровальной бумаги свежим.

Обычными пипетками нельзя отмеривать жидкости, вязкость которых заметно отличается от вязкости воды, например концентрированные кислоты, щелочи и т. п., так как объем отобранной жидкости не будет соответствовать указанному. Для отбора таких жидкостей пользуются специально прокалиброванными пипетками.

При обращении со всеми видами пипеток нужно обязательно придерживаться следующих правил:

1. Пипетка *при отборе жидкости* всегда должна находиться в *строго вертикальном положении*.

2. При установке нижнего мениска на уровне черты глаз наблюдателя должен быть расположен в одной плоскости с меткой (метки на передней и задней стенках должны при этом сливаться в одну).

Газовые пипетки. Это — стеклянные приборы, которые служат для пропускания и отбора газов, подлежащих анализу. Газ поглощают жидким или твердым сорбентом, заполняющим газовую пипетку.

Простейшая газовая пипетка (рис. 108) состоит из двух стеклянных шаров, соединенных между собой коленчатой стеклянной трубкой и укрепленных в деревянном штативе. Шар, расположенный выше, имеет емкость около 100 *мл*, а расположенный ниже — около 150 *мл*. Больший шар пипетки снабжен коленчатой капиллярной трубкой, выступающей из штатива на несколько сантиметров и оканчивающейся оттянутым концом. Абсорбирующую жидкость наливают через широкую трубку верхнего шара при помощи воронки до тех пор, пока не заполнится нижний шар пипетки и капиллярная трубка.

Газовую пипетку для увеличения поверхности абсорбирующей жидкости заполняют твердым носителем (стеклянной дробью и т. п.).

Для специальных определений, например для определения водорода, метана и пр., применяют так называемые взрывные газовые пипетки (рис. 109). Взрывная пипетка состоит из толстостенного шара для взрывания (с правой стороны) и шара для регулирования уровня (левый шар), соединенных между собой трубкой. Эти шары могут быть соединены и резиновой трубкой, обмотанной изоляционной лентой, причем шар для регулирования уровня можно перемещать вверх и вниз, если его укрепить на отдельном штативе.

В верхнюю часть шара для взрывания, возле капиллярной трубки, впаяны две тонкие платиновые проволоки, отстоящие одна от другой на расстоянии около 2 *мм*. На трубке, соединяющей шары, находится стеклянный кран. Верхняя часть шара для взрывания переходит в коленчатый капилляр, конец которого закрывают короткой резиновой трубкой, снабженной зажимом.

В качестве заполняющей жидкости во взрывных пипетках применяют ртуть.

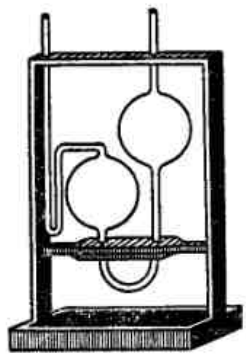


Рис. 108. Газовая пипетка.

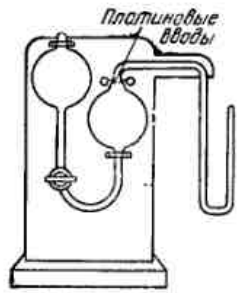


Рис. 109. Взрывная газовая пипетка.

При работе со взрывной пипеткой измеренный объем газа вводят в пипетку, затем туда же впускают необходимый для сжигания газа воздух и закрывают кран на соединительной трубке. Резиновую трубку, надетую на открытый конец капилляра, зажимают. После этого для смешивания газов встряхивают пипетку и производят взрыв, соединив платиновые проволочки с индуктором и замкнув ток.

Бюретки применяют при титровании, для измерения точных объемов и пр. Различают бюретки объемные, весовые, поршневые, микробюретки и газовые.

Объемные бюретки. Это — стеклянные трубки с несколько оттянутым нижним концом или снабженные краном. На наружной стенке по всей длине бюретки нанесены деления в 0,1 *мл*, так что отсчеты можно вести с точностью до 0,02 *мл*.

Бюретки (рис. 110) бывают двух типов: с притертым краном (*б*) и бескрановые с оттянутым концом (*а*), к которому посредством резиновой трубки присоединяют оттянутую в капилляр стеклянную трубку; резиновую трубку зажимают зажимом Мора или же внутрь ее закладывают стеклянную бусину (рис. 111).

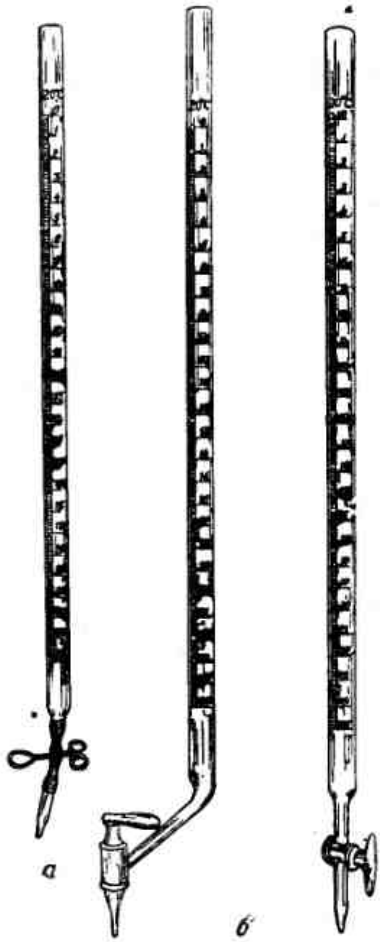


Рис. 110. Бюретки объемные.



Рис. 111. Резиновая насадка с бусиной для бюреток.

Вместо бусинки можно применять гладкую стеклянную палочку. Резиновая трубка должна иметь стенку толщиной не менее 1,5 *мм*, а внутренний диаметр — около 3 *мм*. Таким образом, наружный диаметр резиновой трубки — около 6 *мм*. Конец выбранной стеклянной палочки закругляют на пламени газовой горелки при постоянном вращении, пока на нем не появится небольшое утолщение. После охлаждения отрезают кусок длиной 8 *мм*, для этого проводят на палочке черту, помещают палочку в отверстие в пробке до черты и отламывают. Острые края в месте излома проще всего сгладить напильником. После этого отрезанный кусок вставляют в резиновую трубку закругленным концом вниз.

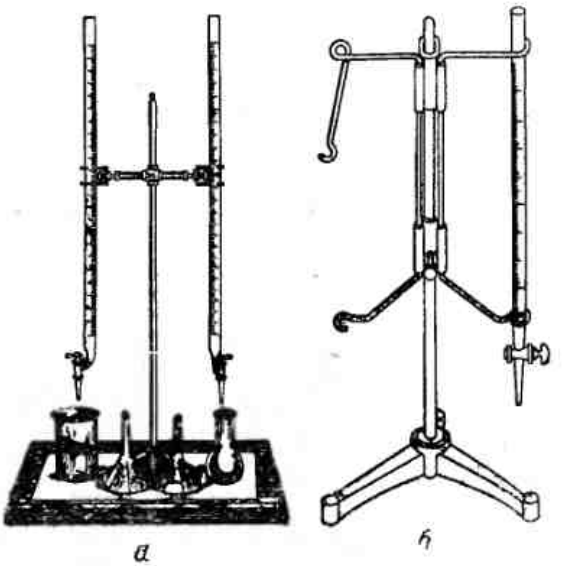


Рис. 112. Крепление бюреток.

В бюретки с краном можно наливать все жидкости за исключением щелочей, которые могут вызывать заедание притертого крана. Для работы со щелочами применяют бескрановые бюретки с резиновой насадкой.

Для работы в учебных лабораториях или в тех случаях, когда титрование проводят редко, и при всех временных работах бюретки укрепляют на лабораторных штативах в лапках. Однако лапки (рис. 112, *а*) закрывают часть делений бюретки, поэтому значительно удобнее приме-

нять держатели для бюреток (рис. 112, *б*). Держатели делают из проволоки и закрепляют бюретку таким образом, чтобы они не мешали отсчету.

Так как бюретки предназначены для очень ответственной работы — титрования, их следует содержать в особенной чистоте.

Объем некоторых растворов, например $K_2Cr_2O_7$, бывает трудно отмерить при помощи бюретки, даже вымытой самым тщательным образом, так как на внутренней стенке бюретки остаются прилипшие капли раствора. Отметить положение мениска у таких растворов также трудно. Для подобных растворов рекомендуют делать внутреннюю стенку бюретки несмачиваемой, что достигается нанесением на стекло тончайшего слоя вазелина или вазелинового масла. Тогда мениск раствора делается не вогнутым, а выпуклым (как у ртути в стеклянной трубке), жидкость к стенкам не пристает и положение мениска отмечают без труда.

Кроме того, отличные результаты дает покрытие внутренней поверхности бюреток и другой измерительной и химической посуды тончайшей силиконовой пленкой. Об обработке лабораторной посуды полиорганосилоксановыми растворами для получения тончайшей пленки см. гл. 26 «Некоторые полезные рецепты».

После работы бюретку следует вымыть водой и оставить ее в штативе, перевернув открытым концом вниз. Чтобы в бюретку не попадала пыль, ее лучше заткнуть кусочком ваты. У бюреток с краном нужно вынуть кран, обернуть его один раз куском чистой фильтровальной бумаги и снова вставить в бюретку. Если этого не сделать, шлиф может испортиться и кран будет протекать.

Для обычных работ кран у бюретки можно смазать очень тонким слоем вазелина, которым слегка смазывают шлиф и, поворачивая кран взад и вперед, добиваются равномерного распределения смазки.

Имеются также специальные смазки для кранов (см. гл. 26 «Некоторые полезные рецепты»).

При работе с бескрановыми бюретками следует учитывать, что некоторые растворы могут вредно действовать на резиновую трубку. Например, такое действие оказывают даже очень разбавленные растворы иода. Окислители также не следует надолго оставлять в соприкосновении с резиной, так как они хотя и очень медленно, но все же действуют на резиновую трубку, придавая ей хрупкость.

Бюретки заполняют жидкостью через воронку с коротким концом, таким, чтобы он не доходил до нулевого деления бюретки. Затем открывают кран или зажим, чтобы заполнить раствором часть бюретки, расположенную ниже крана или зажима до нижнего конца капилляра. Это нужно проделать очень тщательно, чтобы в отводной части бюретки не оставалось пузырьков воздуха. Если они останутся, то при титровании израсходованный объем жидкости будет определен неправильно.

У бескрановых бюреток пузырек воздуха можно удалить, загнув резиновую трубку с капилляром так, чтобы кончик капилляра был направлен вверх и в сторону от работающего и его соседей. Затем осторожно открывают зажим и вытесняют раствором весь воздух. Зажим закрывают, когда из кончика капилляра начнет вытекать жидкость.

На рис. 113 показано, как нужно удалять пузырек воздуха из кончика бескрановой бюретки.

Для того чтобы под бусинкой или палочкой не скапливался воздух, следует при титровании нажимать на верхнюю часть затвора, а не на нижнюю. Для сохранения затвора не следует оставлять бюретки без жидкости, в крайнем случае можно налить в них немного воды.

Если пузырек воздуха остается в бюретке с краном, его нужно попробовать удалить быстрым спусканием жидкости (кран открыть полностью). Если это не помогает, нижний конец бюретки опускают в стакан с той же жидкостью и через верхний конец всасывают немного раствора.

При этом пузырек воздуха всплывает.

Бюретку устанавливают на нуль только после того, как работающий убедится что в капилляре или кончике бюретки не осталось пузырьков воздуха.

Бюретки можно заполнять также и через нижний конец, для этого на него надевают резиновую трубку подходящего диаметра, на другой конец которой насаживают чистую тонкую стеклянную трубку. Эту трубку опускают в колбу или сосуд, в которых находится раствор для заполнения бюретки.

В верхний открытый конец бюретки вставляют резиновую пробку, в которую вставлен кусок стеклянной трубки (длиной 5—6 *см*). На выступающий наружу конец этой стеклянной трубки надевают резиновую трубку.

Открыв кран или зажим у бюретки, через верхний конец засасывают раствор до нужного уровня или немного выше, затем закрывают кран или зажим и освобождают бюретку. Заполнять бюретку можно, непосредственно засасывая жидкость из стакана.

Засасывать можно при помощи резиновой груши или резинового баллона с краном и даже при помощи водоструйного насоса.

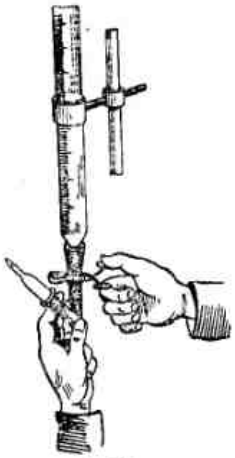
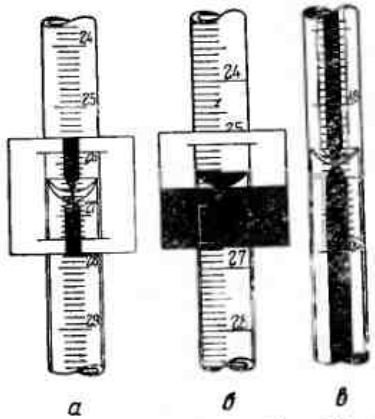


Рис. 113. Удаление воздуха из кончика бюретки.



а *б* *в*

Рис. 114. Отсчет на бюретке при помощи специальных приспособлений.

Бюретку следует заполнять так, чтобы вначале уровень жидкости был несколько выше нулевого деления шкалы (до 3—4 *см*). Затем, осторожно приоткрывая кран, аккуратно устанавливают уровень жидкости на нулевое деление. Каждое титрование следует начинать только после заполнения бюретки до нуля. Уровень жидкости прозрачных растворов устанавливают по нижнему мениску, а непрозрачных — по верхнему.

Если деления на бюретке заметны плохо, их следует зачернить (см. стр. 282). Для облегчения отсчета на бюретке делают простые приспособления (рис. 114) либо на куске бумаги проводят тушью продольную черту шириной 2—3 *мм* (рис. 114, *а*), либо чернят тушью нижнюю половинку взятого куска бумаги (рис. 114, *б*). В том и другом случае на бумаге делают два поперечных надреза и через них надевают ее на бюретку.

Для облегчения отсчета на бюретке можно применять также приспособление из тонкой жести или алюминия. Для этого кусок тонкой жести или алюминия вырезают так, как показано на рис. 115, *а*, и в центре внутренней поверхности полученной гильзы проводят тушью по всей длине полоску шириной 2 *мм*. Гильзу надевают на бюретку, прижимают боковинками и, передвигая к мениску, делают отсчет.

Встречаются бюретки (рис. 114, *в*), на задней стенке которых нанесена темная или цветная полоса (чаще всего — синяя).

При пользовании первым приспособлением или бюреткой с продольной цветной чертой у поверхности жидкости проектируются два конуса, сходящиеся вершинами точно на уровне жидкости. При пользовании вторым приспособлением следует черное поле подвести к уровню жидкости так, чтобы мениск касался верхней линии поля; в этом случае мениск примет черную окраску и четко обозначится, что значительно облегчает отсчет.

При отсчете по бюретке глаз наблюдателя должен находиться точно в одной плоскости с уровнем жидкости (рис. 116).

Нередко при титровании необходимо знать объем капли для данного конца бюретки, чтобы можно было вводить поправку и более точно делать отсчеты показаний бюретки.

Пример. В конце титрования мениск остановился между делениями бюретки 18,7 и 18,8, а объем капли равен 0,02 *мл*. На глаз можно определить приближенно лишь половину или четверть мелкого деления бюретки. Для того чтобы получить более точный отсчет, жидкость лучше слить до следующего деления, т. е. до 18,8, считая капли, и затем вычесть из этого показания число, получающееся при умножении числа капель на объем капли. Полученная разность дает более точный отсчет, чем отсчет на глаз. Пусть в рассматриваемом случае до 18,8 пришлось слить 4 капли. Тогда истинный объем вычисляют так:

$$18{,}8 - (4 \cdot 0{,}02) = 18{,}8 - 0{,}08 = 18{,}72 \text{ мл}$$

Для определения объема капли устанавливают бюретку на нуль, затем отсчитывают 100 капель и полученный объем делят на 100. Проводят не менее трех таких определений и берут среднее значение из них. Можно также взвесить 100 капель и разделить полученную массу на

массу 1 *мл* при данной температуре, однако этот способ отнимает много времени.

Величину капли определяет диаметр кончика капилляра. Чтобы уменьшить объем капли, можно или оттянуть капилляр бюретки, что связано с трудностями, или же смазать кончик капилляра парафином. Для этого кончик опускают в расплавленный парафин, вынимают из него и продувают. Подбирая кончик и смазывая его парафином, можно получить каплю объемом до 0,01 *мл*. Таким образом, если даже под рукой нет микробюретки, объем капли, получающийся у последней, можно получить и с обыкновенной бюреткой.

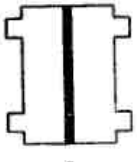




Рис. 115. Приспособление для отсчета на бюретке.

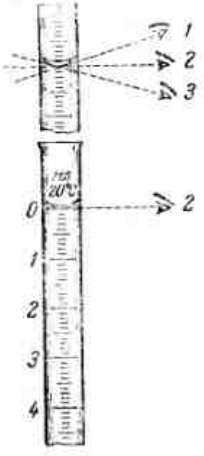


Рис. 116. Отсчет на бюретке при разных положениях глаза (*2* — правильное положение).

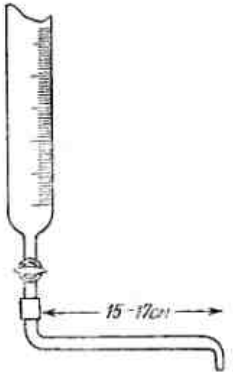


Рис. 117. Приспособление к бюретке для титрования горячих растворов.

Обычно же диаметр отверстия кончика бюретки должен быть таким, чтобы за 1,5 *сек* вытекал, при полностью открытом кране, приблизительно 1 *мл* жидкости. Вообще же при титровании мениск раствора должен опускаться на 1 *см* по длине шкалы за 1—2 *сек*.

Иногда бывает нужным титровать горячие растворы. Для этого применяют специально оборудованную бюретку. При титровании горячих растворов необходимо защитить бюретку от нагревания, так как это может привести к ошибкам отсчета в результате изменения объема раствора, находящегося в бюретке, и самой градуированной части ее.

У обычной крановой бюретки отрезают часть сливной трубки и при помощи куска резиновой трубки присоединяют изогнутую стеклянную трубку (рис. 117). В качестве сливной части этой насадки можно использовать отрезанный конец бюретки или же применить глазную пипетку.

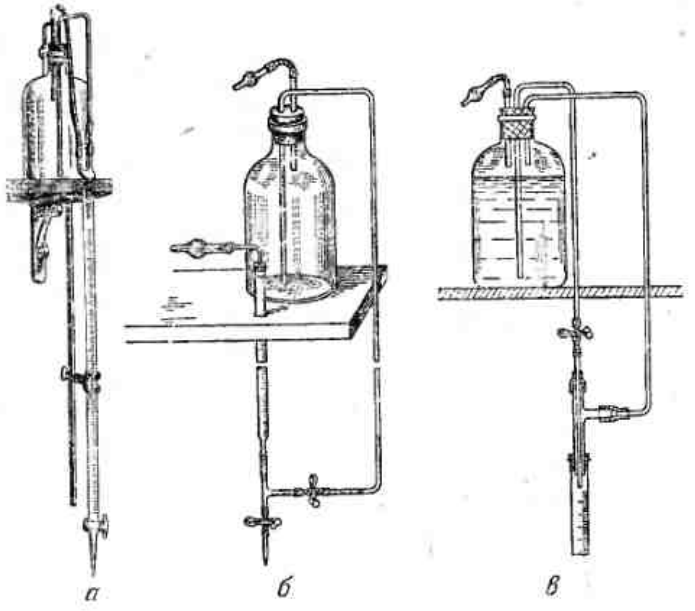


Рис. 118. Постоянные установки бюреток для титрования растворов.

При титровании колба с горячим раствором находится на некотором расстоянии от бюретки и последняя не нагревается.

В аналитических лабораториях или в тех случаях, когда данным раствором приходится часто пользоваться для титрования, тщательно вымытые бюретки укрепляют стационарно и обязательно строго вертикально. Существует очень много способов такого постоянного крепления.

На рис. 118, *а* и *в* показаны постоянные установки бюреток для титрованных растворов. Бутыли с раствором помещают на полку, на нижней стороне которой имеются

железные прутья. К этим прутьям при помощи лапок прикрепляют бюретки. В верхнюю часть бюретки вставляют трубку с отростком. Эту трубку соединяют посредством резиновой трубки с зажимом (в нее помещают стеклянную бусину) с П-образной трубкой; одно колено последней вставлено в бутыль с раствором и доходит почти до ее дна. Боковой отросток трубки, вставленной в бюретку, соединен резиновой трубкой с бутылью. Последнюю, кроме того, оборудуют трубкой с натронной известью (для поглощения двуокиси углерода). Таким образом, резиновая пробка бутыли должна иметь три отверстия.

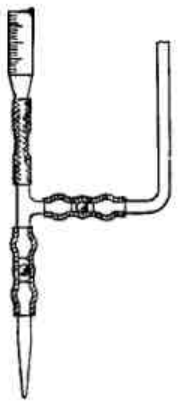


Рис. 119. Нижняя часть соединения у бюретки.

Когда весь прибор собран, остается только наполнить коленчатую трубку жидкостью. Для этого бюретку опускают несколько вниз и через освобожденный конец трубки с отростком, зажав вначале резиновую трубку, насаженную на последний, тем или иным путем всасывают раствор. Конечно, при этом на ту часть резиновой трубки, в которую заложена бусина, надо нажимать пальцами. Когда П-образная трубка будет заполнена, поднимают бюретку и вставляют в нее трубку с отводом.

Для наполнения бюретки раствором сжимают то место резиновой трубки, куда заложена бусина.

Тот же принцип сифонирования жидкости использован в другом способе стационарной установки бюреток (рис. 118, *б*). В пробке бутыли сверлят два отверстия: одно для трубки с натронной известью, второе для П-образной трубки, один конец которой доходит почти до дна бутыли с раствором, а другой соединен с бюреткой. В этом случае пользуются бюреткой без крана; оттянутый конец ее соединяют резиновой трубкой с тройником. На нижний конец тройника насаживают при помощи резиновой трубки стеклянную трубку с оттянутым концом. В резиновую трубку, служащую для соединения, закладывают стеклянную бусину (рис. 119).

Боковой отвод тройника соединяют с коленчатой трубкой при помощи резиновой трубки, в которую вводят бусину или закрывают ее зажимом Мора или Гофмана. Перед работой заполняют коленчатую трубку жидкостью и, соединив трубку с бюреткой, наполняют последнюю. При использовании этой установки раствор расходуется более экономно.

В тех случаях, когда бутыли с растворами помещают на столе, применяют ряд других приспособлений для стационарной установки бюреток (рис. 120).

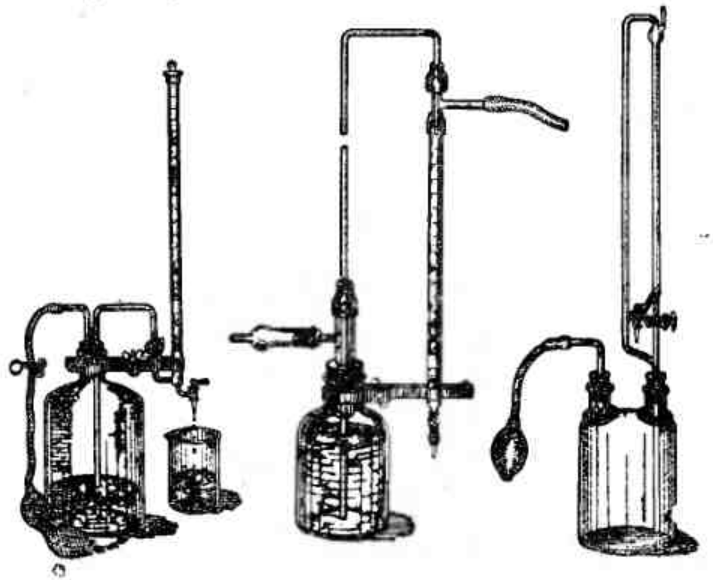


Рис. 120. Установка бюреток для титрования растворов.

Описанные выше бюретки применяют для работы с растворами, на которые не влияет воздух (вернее, содержащиеся в нем кислород и двуокись углерода). Для растворов, взаимодействующих с воздухом, необходимо применять бюретки специального устройства (рис. 121). Прибор состоит из бутыли *1*, имеющей стеклянную притертую пробку, в которую впаяна бюретка с трубкой *6* для заполнения и трубкой *5* для выравнивания давления. Так как применяемая жидкость не должна соприкасаться с воздухом, бутыль *1* и бюретку заполняют каким-нибудь инертным газом, например водородом или азотом. Прибор наполняют инертным газом через боковой отвод *3* с краном *2*, при

этом весь воздух из прибора вытесняется. Верхняя часть бюретки соединена с сосудом *7*, снабженным краном *8*. Этот сосуд заполняют какой-либо жидкостью, поглощающей действующие на раствор газы воздуха, причем заполняющая жидкость играет роль затвора. Так как при заполнении прибора инертным газом неизбежно получается избыток давления, лишний газ удаляют, открывая кран *4*. При титровании газ, постоянно поступая через отвод *3*, проходит через трубку *5*, препятствуя таким образом входу воздуха через открытый кран *8*. По окончании титрования краны *2* и *8* закрывают, и приток газа останавливается.

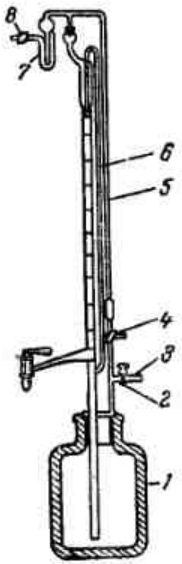


Рис. 121. Бюретка для растворов, взаимодействующих с воздухом:
1 — бутыль; *2*, *4*, *8* — краны; *3* — боковой отвод; *5* — трубка для выравнивания давления; *6* — трубка для заполнения бюретки; *7* — сосуд.

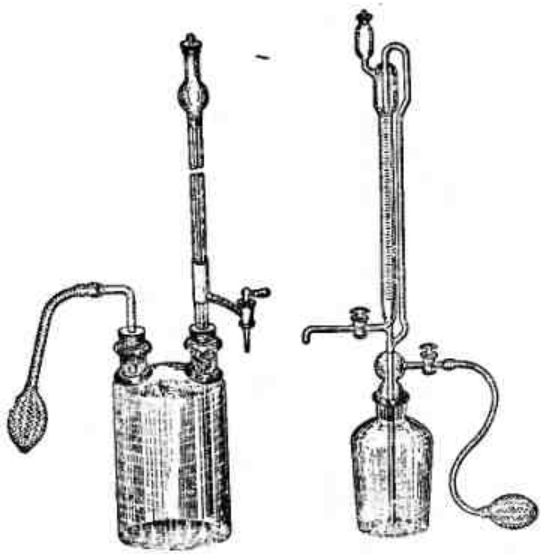


Рис. 122. Бюретки с автоматической установкой уровня.

Эта бюретка очень удобна в работе и потому применяется во многих лабораториях.

Иногда применяют бюретки с автоматической установкой уровня (рис. 122). В таких бюретках титрованный раствор поднимается до верхней метки, а избыток его сливается обратно в бутыль через специальную отводную трубку. Поэтому уровень жидкости в бюретке никогда не может подняться выше нулевого деления.

Вместо зажимов Мора у бескрановых бюреток можно пользоваться очень простым, но надежным приспособлением (рис. 123), действие которого основано на том, что согнутая резиновая трубка совершенно не пропускает не только жидкости, но и газы. На конец бюретки надевают резиновую трубку, в которую вставляют отрезок стеклянной трубки, суживающийся на свободном конце и согнутый под прямым углом. Тонкое резиновое кольцо с прикрепленной к нему резиновой полоской надевают на бюретку несколько выше резиновой трубки, другой конец полоски прикрепляют к согнутому отрезку стеклянной трубки. Длина резиновой полоски должна быть такой, чтобы в свободном состоянии она поддерживала трубку так, как показано на рис. 123. При титровании пальцем нажимают на согнутую стеклянную трубку, выпрямляя резиновую трубку. Чем больше отклоняется трубка вниз, тем сильнее будет ток жидкости.



Рис. 123. Приспособление для запирания бюреток.

В тех случаях, когда требуется очень точное титрование, в обычную бюретку, предварительно выверенную, помещают стеклянный поршень-поплавок. Он должен свободно передвигаться внутри бюретки. Применение этого поплавка увеличивает точность отсчета уровня жидкости, и расхождение между отдельными определениями не превышает 0,02 *мл*. Бюретка с поплавком дает возможность работать с окрашенными растворами и с такими, которые могут изменяться при соприкосновении с воздухом, так как поплавок препятствует контакту раствора с воздухом.

Титровать всегда нужно свежим раствором. Если в бюретке был раствор, оставшийся от работы со вчерашнего дня или простоявший несколько часов, его нужно вылить и наполнить бюретку свежим. Перед наполнением бюретку следует ополаскивать титрованным раствором.

Отсчет показаний на бюретке делают не ранее чем через 30 *сек* после окончания титрования. За это время титрованный раствор стекает со стенки бюретки и уровень жидкости окончательно устанавливается. Скорость стекания раствора со стенки бюретки зави-

сит от вязкости раствора и температуры, при которой титруют, а также от ряда других факторов.

Весовые бюретки. В тех случаях, когда необходимы очень точные определения, вместо объемных бюреток предпочитают пользоваться так называемыми весовыми бюретками (рис. 124). Они имеют много преимуществ по сравнению с объемными бюретками, так как при работе с ними исключаются ошибки, чаще всего вызываемые неправильным отсчетом объемов. Это происходит вследствие неточного определения положения мениска, его формы, скорости

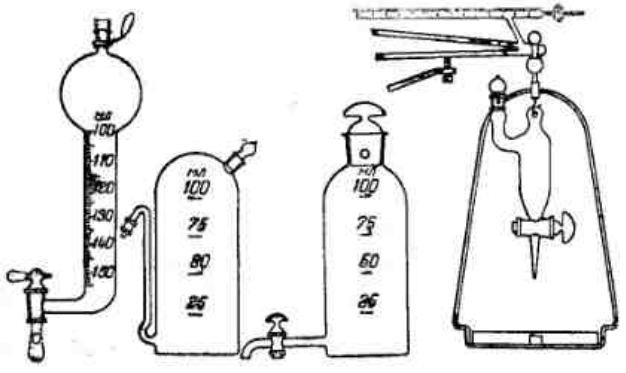


Рис. 124. Весовые бюретки.

вытекания раствора и связанного с этим прилипания растворов к стенкам и т. п. Кроме того, при использовании весовых бюреток отпадает необходимость учитывать влияние колебания температуры на изменение объема раствора.

Весовые бюретки не требуют градуировки и проверки, и их легко изготовить. Обращение с ними очень простое. Для работы с весовыми бюретками применяют титрованные растворы с известным весовым содержанием вещества. Весовую бюретку взвешивают до титрования и после титрования и по разности узнают массу раствора, пошедшего на титрование. Умножая массу этого раствора на число миллиграмм-эквивалентов растворенного вещества в 1 *г* раствора, определяют число миллиграмм-эквивалентов, пошедшее на титрование.

При обычных работах достаточно взвешивать весовые бюретки с точностью до 10 *мг*, т. е. можно пользоваться хорошими технохимическими или ручными (аптекарскими) весами.

Поршневые бюретки. Очень удобны, особенно для автоматизации процесса титрования, так называемые поршневые бюретки (рис. 125). В отличие от обычных, когда жидкость вытекает из бюретки под действием собственного веса, в поршневых бюретках жидкость вытекает под давлением поршня. Объем отсчитывают не сверху вниз, как обычно, а, наоборот,— снизу вверх. Поршень, расположенный в нижней части бюретки, передвигают при помощи механического приспособления вверх и вниз.

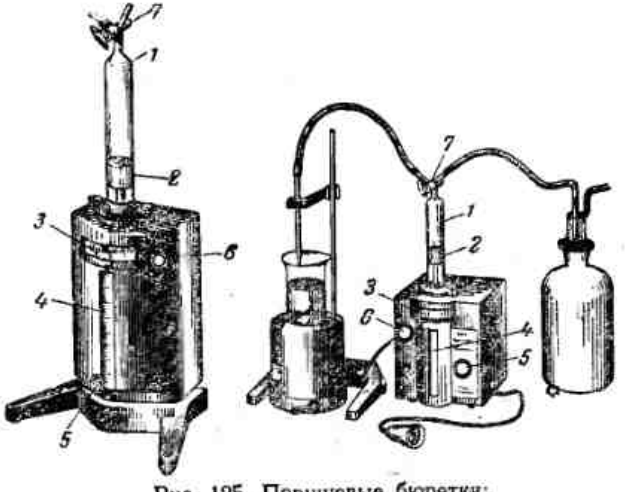


Рис. 125. Поршневые бюретки:

1 — бюретка; *2* — поршень; *3* — шкала точного отсчета; *4* — шкала грубого отсчета; *5* — штурвал шкалы для грубого отсчета; *6* — штурвал шкалы для точного отсчета; *7* — трехходовой кран.

Поршневая бюретка состоит из калиброванного стеклянного цилиндра или трубки с поршнем из тефлона или другого химически стойкого пластика, трехходового крана, при помощи которого поршневую бюретку соединяют с сосудом для титрованного раствора и с сосудом, в котором проводится титрование. Кроме того, поршневая бюретка снабжена приспособлением для грубого и точного перемещения поршня, что дает возможность делать отсчет очень точно. Чтобы заполнить поршневую бюретку раствором, поднимают поршень до самого верха, соединяют трехходовым краном бюретку с сосудом для титрованного раствора, затем, опуская поршень, заполняют бюретку раство-

ром и отъединяют ее от сосуда с титрованным раствором. Для титрования бюретку соединяют с сосудом, в котором будет проводиться титрование, предварительно установив поршень на нулевое деление, затем, поворачивая ручку или штурвал для грубого титрования, выдавливают титрованный раствор до тех пор, пока по окраске индикатора не установят приближение окончания титрования. Тогда переходят на дозировку раствора при помощи ручки или штурвала для точного титрования. Обычно шкала для грубого отсчета расположена вертикально, а для точного отсчета — горизонтально.

Эти бюретки могут иметь моторчики для автоматического передвижения поршня.

Микробюретки. Кроме описанных бюреток, в лабораториях применяют микробюретки, отличающиеся от обычных тем, что они имеют градуировку не по 0,1 *мл*, а по 0,01 *мл* и дают возможность делать отсчет с точностью до 0,005 *мл*; при работе с микробюретками требуется большая осторожность, особенно при мытье их. Сушить микробюретки лучше всего холодным воздухом *.

Различают микробюретки с краном и бескрановые. Для заполнения микробюретки с краном (рис. 126) вначале наливают в воронку *4* титрованный раствор, закрыв сливной кран и открыв кран на боковой трубке. Когда жидкость заполнит микробюретку немного выше нуля шкалы, боковой кран закрывают и, осторожно открывая сливной кран, устанавливают жидкость точно на нуле. После этого можно начать титрование. Запасную жидкость наливают в воронку *4*. Для доведения уровня жидкости в микробюретке после титрования снова до нуля осторожно открывают боковой кран. Как только уровень раствора дойдет до нуля, кран закрывают. При наливании раствора в воронку иногда в боковой трубке остаются пузыри воздуха, которые мешают титрованию. Для удаления их жидкость наливают в воронку *4* и, открыв боковой кран, пропускают жидкость в микробюретку до тех пор, пока из нее не будут вытеснены воздушные пузыри. После этого боковой кран закрывают и, открывая сливной кран, устанавливают уровень жидкости в бюретке на нуль.

* Как правило, мерную посуду — бюретки и пипетки — вообще не сушат; в редких случаях, когда приходится работать с неводными растворами, бюретки высушивают, но ни в коем случае не нагретым воздухом и не в сушильном шкафу.

Для заполнения бескрановой микробюретки, показанной на рис. 127, регулировочным винтом *1* сжимают грушу *3* и кончик микробюретки опускают в стакан с титрованным раствором. Затем, постепенно отпуская винт *1*, заполняют микробюретку до деления «0».

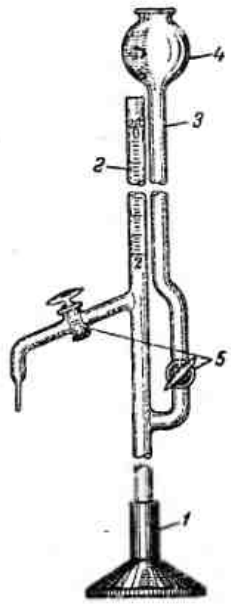


Рис. 126. Микробюретка с краном:
1 — деревянный штатив; *2* — микробюретка; *3* — трубка для заполнения бюретки жидкостью; *4* — воронка; *5* — краны.

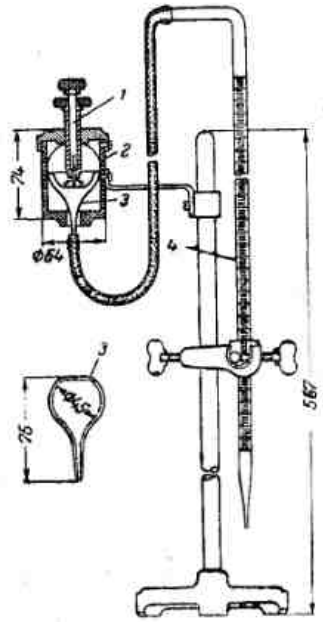


Рис. 127. Бескрановая микробюретка с пневматическим регулятором:
1 — регулировочный винт; *2* — корпус регулятора; *3* — пневматический регулятор; *4* — микробюретка.

Убрав стакан с раствором, можно проводить титрование. Для этого осторожно завинчивают регулировочный винт *1* и вытесняют раствор из микробюретки *4*.

Бескрановые бюретки более удобны в работе, чем крановые.

Общие правила пользования бюретками те же, что и для пипеток.

1. Бюретка должна быть закреплена *строго вертикально*.

2. Необходимо *правильное положение глаз наблюдателя* при отсчете показаний бюретки.

Газовые бюретки применяют в газовом анализе для измерения объемов отдельных компонентов газовой смеси. Полученные результаты выражают в объемных процентах. Подобно обычным, газовые бюретки представляют собой цилиндрические стеклянные трубки, на которых нанесены деления в миллилитрах.

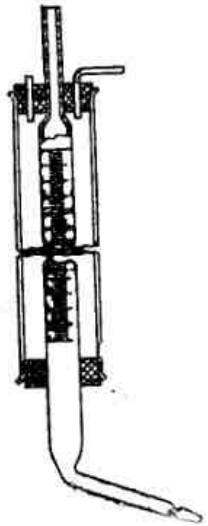


Рис. 128. Газовая бюретка по Гемпелю.

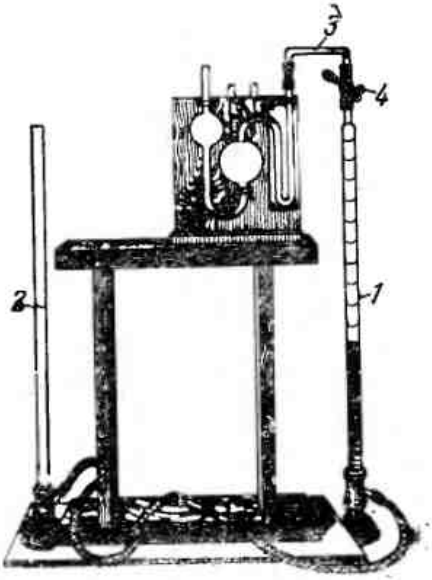


Рис. 129. Газовая бюретка, соединенная с газовой пипеткой:
1 — бюретка; *2* — уравнительная трубка; *3* — соединительный капилляр; *4* — кран (зажим).

В качестве наполняющей жидкости применяют воду, солевые растворы и ртуть.

На рис. 128 показана газовая бюретка Гемпеля. Она имеет измерительную трубку длиной 70 *см* и диаметром 1,5 *см*, градуированную на 100 *мл*, оканчивающуюся на верхнем конце капиллярной трубкой длиной до 6 *см*, на которую надевают резиновую трубку с зажимом.

Нижний конец бюретки согнут под тупым углом и оканчивается оливой. Для поддержания постоянной температуры измеряемых газов бюретку иногда заключают в стеклянную рубашку, через которую пропускают жидкость.

На рис. 129 изображена бюретка, присоединенная к газовой пипетке. Бюретка *1* укреплена в тяжелой подставке. Резиновая трубка длиной 1 *м* соединяет бюретку с уравнительной трубкой *2*.

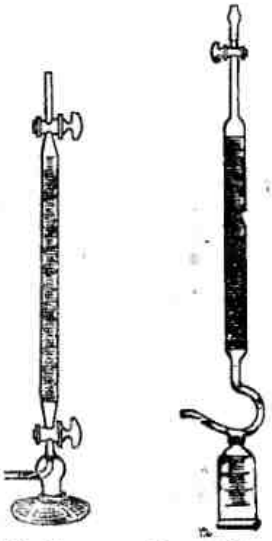


Рис. 130. Газовая бюретка Винклера.

Рис. 131. Газовая бюретка Бунге.

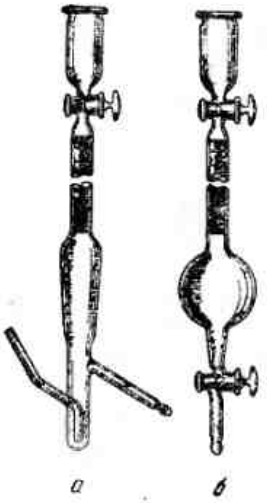


Рис. 132. Газовые бюретки:
а — для определения азота; *б* — для определения хлора.

Так же как и бюретка Гемпеля, устроена бюретка Винклера (рис. 130), но верхний конец ее имеет одноходовой, а нижний конец — трехходовой кран, в этом случае называемый винклеровским краном. Емкость измерительной трубки от крана до крана 100 *мл*, на верхнем же конце трубки имеется толстостенный капилляр длиной около 2 *см*.

Газовая бюретка Бунге (рис. 131) отличается от описанных выше тем, что измерение и абсорбцию проводят в одном и том же сосуде.

Существуют специальные газовые бюретки для определения азота, хлора и пр. (рис. 132).

Мерные колбы — необходимейшая посуда для большинства аналитических работ (рис. 133); они представля-

ют собой плоскодонные колбы различной емкости; в большинстве случаев мерные колбы имеют пришлифованные стеклянные пробки. Однако часто применяют мерные колбы без пришлифованных стеклянных пробок. В таких случаях для закрывания мерных колб используют резиновые пробки соответствующего размера. Эти пробки можно применять почти во всех случаях приготовления точных растворов. Однако следует помнить, что ими нельзя пользоваться, когда приготовляемый точный раствор может оказывать химическое действие на резину (раствор иода и др.).

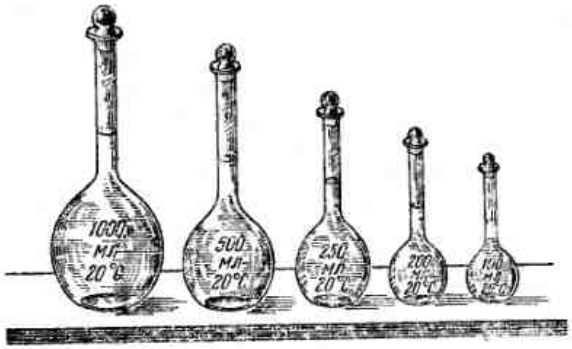


Рис. 133. Мерные колбы.

В таких случаях резиновую пробку полезно обернуть полиэтиленовой или тефлоновой пленкой.

Весьма удобны пробки из полиэтилена и полипропилена.

Различают узкогорлые и широкогорлые мерные колбы. Диаметр горла последних приблизительно в полтора раза больше по сравнению с узкогорлыми. На горле колбы имеется кольцевая метка, а на самой колбе вытравлено число, указывающее ее емкость в миллилитрах при определенной температуре. Приведенная емкость означает, что при данной температуре объем воды, налитой в колбу до метки, точно соответствует указанному. Объем вылитой из колбы воды будет несколько меньше помеченного, так как часть ее останется на стенках. Поэтому обычные мерные колбы не пригодны для отмеривания точного объема воды с последующим выливанием ее.

Мерные колбы, предназначенные для выливания, имеют две метки. Верхняя метка предназначена «для вылива-

ния», т. е. если наполнить колбу до этой метки и вылить содержимое, вылитая жидкость будет иметь объем, указанный на колбе.

Мерные колбы служат для разбавления всякого рода растворов до определенного объема или же для растворения какого-нибудь вещества в определенном объеме соответствующего растворителя.

Мерные колбы всегда должны быть *чисто вымыты*. Когда минует надобность в находящемся в мерной колбе растворе, последний должен быть тотчас вылит, а колба вымыта. При хранении пустой колбы во избежание «заедания» стеклянной пробки последнюю, обернув фильтровальной или чистой писчей бумагой, вставляют в горло колбы. При работе бумагу, конечно, снимают.

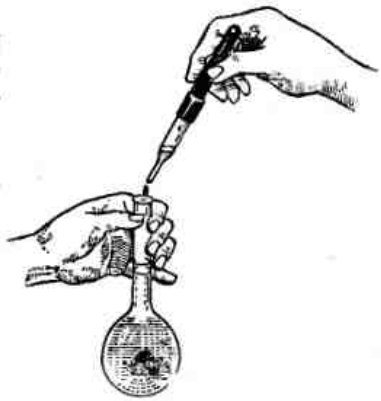


Рис. 134. Добавление последних капель в мерную колбу.

Воду или другую жидкость наливают в мерную колбу до тех пор, пока нижний мениск не достигнет уровня метки. Так как сразу налить нужный объем жидкости затруднительно, то сперва наливают ее на 0,1—1 *см* ниже метки, после чего доводят до метки, добавляя жидкость по каплям (рис. 134).

Если в мерной колбе готовят какой-либо раствор, то вначале насыпают или наливают через воронку растворяемое вещество и остатки его в воронке тщательно, без потерь, смывают небольшими порциями воды. Затем наполняют колбу до половины водой, осторожно встряхивая, перемешивают ее содержимое до полного растворения и доливают воду, как указано выше.

При пересыпании через воронку измельченных твердых веществ следует применять только сухую воронку, причем высыпать всю навеску сразу не рекомендуется. Лучше высыпать понемногу, слегка встряхивая воронку легкими ударами пальцев. При быстром высыпании всей навески может случиться, что порошок застрянет в труб-

ке воронки и перевести его в колбу будет труднее. Никогда не следует начинать обмывание воронки прежде, чем вся навеска из нее не высыпется в колбу.

Для введения в мерную колбу измельченных веществ удобно применять химическую воронку с укороченным концом.

Раствор в мерной колбе нужно перемешивать очень осторожно многократным переворачиванием. Прежде всего следует убедиться, прочно ли закрыта колба и не будет ли при переворачивании ее вытекать жидкость. Мерную колбу можно держать только за горлышко, придерживая большим и средним пальцами правой руки, одновременно прижимая пробку указательным пальцем. Совершенно недопустимо держать мерную колбу за шар, так как это вызывает нагревание колбы с жидкостью и изменение объема последней.

Начинающим работать в лаборатории рекомендуется вначале попрактиковаться наливать в мерную колбу воду.

Проверка калиброванной посуды

Всякую калиброванную посуду (пипетки, бюретки, мерные колбы и пр.) перед употреблением необходимо проверить. Иногда вследствие неодинакового внутреннего диаметра бюретки по всей длине или неравномерной толщины стенок пипеток, или же вследствие ошибок на фабрике, изготовляющей калиброванную посуду, показания последней не соответствуют действительным емкостям.

Перед проверкой пипетки, бюретки, мерные колбы или другую калиброванную посуду или приборы следует тщательно вымыть, особенно следя за тем, чтобы внутри не было следов жирных пятен (см. гл. 2 «Мытье и сушка химической посуды»).

Тщательность мытья имеет особо важное значение, так как только в этом случае можно быть уверенным в точности проверки и результатах ее.

Для проверки тщательно вымытую пипетку наполняют до метки дистиллированной водой, затем выливают воду в заранее взвешенный на технохимических весах сосуд. Взвешивание проводят с точностью, соответствующей емкости пипетки, так, чтобы ошибка при взвешивании не превышала 0,1% от массы воды в объеме пипетки *.

* При работе с калиброванными пипетками выливать из них растворы следует так же, как это делали при калибровании.

Проверка пипетки должна проводиться при той температуре, которая указана на пипетке. Если же этого достичь нельзя, вносят поправку на температуру воды.

Пример. Проверку пипетки емкостью 10 *мл* проводят при 15 °С. Объем воды в пипетке (до метки) имеет массу 9,93 *г*. Для того чтобы определить объем, соответствующий этому количеству воды, нужно знать плотность ее при температуре опыта, т. е. при 15 °С, или же знать удельный объем воды при той же температуре. В первом случае найденную массу делят на плотность, а во втором случае массу умножают на удельный объем. По соответствующим таблицам устанавливают, что удельный объем воды при 15 °С равен 1,00087 *мл/г*.

Таким образом, емкость измеряемой пипетки определяют как результат умножения:

$$9{,}93 \cdot 1{,}0009 = 9{,}94 \text{ мл}$$

Следовательно, фактический объем воды, отбираемой пипеткой, отличается от номинального на

$$10{,}00 - 9{,}94 = 0{,}06 \text{ мл}$$

и неточность пипетки достигает

$$\frac{0{,}06 \cdot 100}{10{,}00} = 0{,}6\%$$

т. е. выходит за пределы допустимых ошибок.

Если погрешность выходит за пределы ошибок, допустимых при химических анализах, то пипетку необходимо поправить. Последнюю можно провести двояким путем.

1) Зная истинный объем жидкости, отбираемый пипеткой, вводят эту величину в расчеты при всех анализах, когда приходится работать с данной пипеткой, т. е. в приведенном случае принимают объем отобранной жидкости равным не 10,00, а 9,94 *мл*. Конечно, все расчеты при этом усложняются.

2) На пипетке наносят новую метку на такой высоте, чтобы при отборе жидкости (руководствуясь новой меткой) емкость пипетки была равна точно 10,00 *мл*.

Место новой метки можно найти путем расчета, зная диаметр трубки пипетки.

Объем жидкости V в *мл*, которую нужно добавить в пипетку, находят по формуле:

$$V = \frac{\pi d^2}{4} h$$

где d — диаметр трубки, *мм*;

h — высота добавляемого столбика жидкости, *мм*.

В приведенном случае, где диаметр трубки пипетки равен 4 *мм*:

$$V = \frac{3{,}14 \cdot 0.16}{4} h = 0{,}06\ мл$$

откуда

$$h \approx 5\ мм$$

Таким образом, метку нужно поставить на 5 *мм* выше имеющейся.

Нанести новую метку можно также следующим образом. Делают немного выше имеющейся на пипетке метки наклейку из бумаги, на которой нанесены тонкие черные линии; далее путем многократного взвешивания воды, наливаемой до различных уровней (линий на бумаге), подбирают нужный объем. На найденном уровне делают новую метку напильником или фтористоводородной кислотой.

Подобным же образом проверяют мерные колбы.

Несколько сложнее проверка бюреток: у них вначале проверяют весь объем вмещаемой жидкости от 0 до 25 или 50 *мл* в зависимости от емкости бюретки. После этого объем проверяют или через каждый миллилитр, или через 5 *мл* *. Для точной калибровки лучше проверять каждый миллилитр.

Руководствуясь таблицами плотности воды, определяют точный объем для каждого деления. Так как сделать перекалибровку бюретки самому трудно, нужно составить таблицу поправок ** и при титровании пользоваться ею.

Хотя калибровка бюреток — хлопотливое дело, но ее необходимо провести. В начале работы в лаборатории это дает определенные навыки и приучает к точности — залогу успеха в химической работе.

Несколько замечаний о сортах стекла

Стекло для химической посуды должно быть химически устойчивым, не поддающимся действию тех или иных реагентов (например, кислот, щелочей), должно иметь незначительный коэффициент

* Поскольку чаще всего при титровании из бюретки выливается объем раствора от 15 до 25 *мл*, можно рекомендовать проверять у бюретки первые 5 *мл*, а затем следующие 5, 3, 2, 2, 2, 2, 2, 2, 2, 2, 3, 3, 5 и 10 *мл*.

** Таблицы поправок при калибровке мерной посуды см. Т р е д в е л л Ф. П., Количественный анализ, изд. 7-е, ОНТИ, 1935; И е л ь с о н Л. М., Заводские химические лаборатории, ОНТИ, 1937; Л у р ь е Ю. Ю., Справочник по аналитической химии, Изд. «Химия», 1967.

расширения, что сообщает стеклу устойчивость при резких изменениях температуры.

Как правило, все растворы (особенно щелочи), помещаемые в стеклянную посуду, извлекают из стекла его составные части. Так, например, по Гиллебрандту, при кипячении воды в течение 1 *ч* в платиновой чашке емкостью 1 *л*, закрытой часовым стеклом, вода выщелочила из стекла 1 *мг* кремневой кислоты, а при кипячении в тех же условиях раствора аммиака за 30 *мин* выщелочилось 1,4 *мг*. Такие количества выщелоченной кремневой кислоты могут сказаться на точности химического анализа. Поэтому приходится очень осторожно подходить к выбору стекла для посуды, в которой должен проводиться тот или иной анализ. Совершенно недопустимо применять такое стекло, из которого может быть выщелочен компонент, определяемый в данном анализе (например, свинец из содержащего его стекла, бор из боросиликатных стекол и т. д.).

В СССР выпускается ряд специальных сортов стекла; состав некоторых из них приведен в табл. 2.

Таблица 2

Состав некоторых специальных сортов стекла

Заводская марка стекла	Содержание, %							
	SiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO	B_2O_3	K_2O	Na_2O	Fe_2O_3
№ 23	68,4	3,9	8,5	0,8	2,7	6,1	9,7	Во всех сортах 0,1—0,2
№ 846	74,0	3,0	6,0	4,0	3,0	—	10,0	
Пирекс	80,5	2,0	0,5	—	12,0	1,0	4,0	
Белое	72,0	1,5	10,0	2,5	—	—	14,0	
Нейтральное	72,5	4,0	7,0	—	6,0	—	10,5	

Стекла № 23 и пирекс применяются для изготовления химической посуды, аппаратуры и трубок, № 846 — для химической посуды, белое — для толстостенной аппаратуры, нейтральное — для ампул.

Обычно посуда и приборы, сделанные из специальных сортов стекла, имеют свой отличительный знак в виде надписи или цветной полосы.

Рассмотрим несколько наиболее часто встречающихся сортов иностранного стекла.

П и р е к с — тугоплавкое стекло, отличается высокой механической прочностью и термической устойчивостью.

Температура размягчения пирекса — около 800 °С, коэффициент расширения равен $4 \cdot 10^{-6}$. Посуда из пирекса не так боится внезапного охлаждения, как посуда из других сортов стекла, однако пирекс менее устойчив к щелочам.

Для работы в лабораториях посуда из стекла пирекс очень удобна.

Ш о т т о в с к о е (и е н с к о е) с т е к л о — наиболее распространенное для изготовления химической посуды.

Шоттовское стекло имеет очень много марок. Посуда из стекла различных марок отличается определенными свойствами, позво-

ляющими применять посуду из этого стекла для самых разнообразных работ. Эти сорта отличаются друг от друга или разноцветными продольными полосками, или фирменной маркой того или иного цвета.

Стекло «дюробакс» (красная продольная полоса на трубках) отличается тугоплавкостью и используется для изготовления трубок к печам.

Кварцевое стекло («Felsenglass», голубая полоса или голубая марка) также относится к тугоплавким и мало чувствительно к изменению температуры.

Стекло «фиолакс» (коричневая полоса или коричневая марка) обладает наибольшей химической стойкостью; растворимость его очень незначительна.

Посуду из такого стекла применяют при особо ответственных работах, когда стремятся избежать возможного загрязнения препаратов вследствие растворения стекла.

Стекло «резиста» имеет сходство со стеклом пирекс. Оно также мало чувствительно к резким изменениям температуры. Химическая стойкость этого стекла выше, чем стекла пирекс.

Стекло «супремакс» — особо тугоплавкое, его применяют для изготовления высокотемпературных термометров.

Стекло «супракс» почти аналогично предыдущему, но менее тугоплавко.

В ГДР принято следующее деление стекол для химической посуды:

Стекло иенатерм «9» — стекло универсального применения. Из него делают всевозможную тонкостенную химическую посуду и приборы.

Стекло иенатерм «Д» по термической стойкости превосходит предыдущее. Применяется преимущественно для изготовления трубопроводов и больших сосудов.

Стекло «разотерм» применяют для приборов, требующих большой термической устойчивости. Приборы из этого стекла часто имеют более толстые стенки, чем из стекла иенатерм «9», и при этом более устойчивы как термически, так и механически.

Стекло иенатерм «S» — специальное стекло, из которого изготовляют трубки для сжигания с высокой термической устойчивостью.

Стекло иенатерм «N» служит для изготовления обычных термометров (до 450 °С).

Стоимость химической посуды, изготовленной из специальных сортов стекла, значительно выше, чем обычной, и поэтому ее нужно особенно беречь. При хранении в шкафах лучше собирать в одно место всю посуду из стекла определенного сорта и не смешивать ее с посудой других сортов.

Стеклянная посуда, которую часто приходится нагревать до очень высокой температуры (например, колбы Кьельдаля), иногда не выдерживает нагревания и лопается. Для предотвращения этого посуду до ее употребления рекомендуется «проварить» в течение 30—60 *мин* в концентрированном растворе поваренной соли.

Основным недостатком химической стеклянной тонкостенной посуды является ее хрупкость. Особенно часто химическая посуда бьется при случайных ударах. Если химическая стеклянная посуда используется для работ без нагревания, для предохранения от поломок при ударах ее рекомендуется снаружи покрывать* поливинилхлоридом. После нанесения покрытия сосуды, например колбы, нужно сушить, поместив горлом вниз. Чтобы они при этом не опрокидывались, их можно закрыть пробкой, в центр которой вставляют стеклянную трубку, служащую стержнем для укрепления колбы в решетке сушильного шкафа. Стаканы также высушивают только перевернутыми.

ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА ИЗ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

Недостаточная химическая стойкость стекла, его хрупкость иногда затрудняют работу химиков. Поэтому в лабораторном обиходе используют посуду, принадлежности и даже приборы из пластиков, например полиэтилена, метилметакриловых смол, фторопластов и других прозрачных или полупрозрачных пластиков, обладающих большой химической стойкостью. В этом отношении особый интерес по доступности представляет полиэтилен, из которого изготовляют колбы разных размеров и различного назначения, флаконы, воронки, трубки, промывалки, мерную посуду (в частности, цилиндры) и пр. В полиэтиленовую посуду можно наливать горячие растворы с температурой до 200—220 °С; также допускается нагревание на водяной бане, но из-за малой теплопроводности полиэтилена оно происходит довольно медленно. Нагревание жидкостей в такой посуде возможно, если использовать электронагревательные приборы типа кипятильников, в которых нагревательные элементы заключены в кварцевую трубку или капсулу.



Рис. 135. Промывалка из полиэтилена.

Однако преимущественное применение такой посуды — работа с холодными жидкостями.

Весьма удобны полиэтиленовые промывалки. Они имеют в пробке только одну трубку, доходящую до дна сосуда. Наружная часть трубки изогнута под острым углом (рис. 135).

Перед наполнением водой или промывной жидкостью пробку вывинчивают и при помощи воронки наливают в промывалку жидкость почти до верха. Затем пробку

* Chemist Analyst, 48, № 4, 102 (1959).

завинчивают. Дистиллированная вода или промывная жидкость вытекают при сжимании промывалки. Полиэтиленовые промывалки по сравнению со стеклянными более гигиеничны, так как при работе с ними нет необходимости брать в рот трубку для нагнетания воздуха.

Следует учитывать, что хотя посуда из полиэтилена химически стойка, у нее имеется один недостаток — способность прочно адсорбировать некоторые вещества. Так, стенки полиэтиленовой посуды адсорбируют азотную, соляную и некоторые другие кислоты. Отмыть от них стенки посуды из полиэтилена очень трудно. Это в некоторой степени ограничивает возможности использования такой посуды (см. также гл. 3 «Пробки», стр. 174).

ФАРФОРОВАЯ И ВЫСОКООГНЕУПОРНАЯ ПОСУДА

Фарфоровая посуда

Ассортимент фарфоровой посуды, применяемой в обычных лабораториях, не так многочислен, как стеклянной. Фарфоровая посуда имеет ряд преимуществ перед стеклянной: она более прочная, не боится сильного нагревания, в нее можно наливать горячие жидкости, не опасаясь за целость посуды, и т. д. Недостатком изделий из фарфора является то, что они тяжелы, непрозрачны и значительно дороже стеклянных.

Рассмотрим наиболее часто применяемую в лабораториях фарфоровую посуду.

Стаканы — тех же видов и емкостей, что и стеклянные (рис. 136).

Выпарительные чашки (рис. 137) широко применяются в лабораториях. Они бывают самых разнообразных емкостей, с диаметром от 3—4 до 50 *см* и больше.

Фарфоровые выпарительные чашки с носиком выпускаются следующих размеров:

Номер	1	2	3	4	5	6	7	8
Емкость, *мл*	28,8	65,0	140,0	311,0	471,0	1010,0	2106,0	4600,0
Высота, *мм*	56	72	93	120	156	202	260	366

Внутри они обязательно покрыты глазурью, снаружи глазурь доходит до $^1/_3$—$^1/_2$ высоты от края. Чашки служат для выпаривания разного рода растворов; хотя фарфоровые чашки можно нагревать на голом пламени, однако

при выпаривании следует применять асбестированные сетки или водяные бани, так как нагревание в этом случае равномернее.

Ступки применяют для размельчения твердых веществ (см. гл. 9 «Измельчение и смешивание»).

Тигли (рис. 138) — фарфоровые сосуды с фарфоровыми крышками.



Рис. 136. Набор фарфоровых стаканов.



Рис. 137. Набор фарфоровых выпарительных чашек.

Тигли для прокаливания (низкие) изготовляют следующих размеров:

Номер	1	2	3	4	5	6
Емкость, *мл*	2,0	5,0	11,0	23,0	51,0	126,0
Диаметр, *мм*	20	26	34	43	56	72
Высота, *мм*	15	20	25	33	42	54

В тиглях прокаливают разного рода вещества, сжигают органические соединения при определении зольности и т. д. В большинстве случаев нагревание тиглей проводят прямо на горелке без применения асбестированных сеток или бань.

Для нагревания тигля его нужно ставить в *фарфоровый* треугольник (рис. 139). Последний делают из трех насаженных на проволоку фарфоровых трубок. Треугольник следует брать таких размеров, чтобы тигель, вставленный в него, выдавался наружу не более чем на $^1/_3$ высоты.

Подогрев ведут постепенно. Вначале тигель нагревают над пламенем горелки (только горячим воздухом), затем постепенно его вводят в бесцветное пламя горелки и, наконец, помещают в ту или иную зону пламени в зависимости от требуемой температуры прокаливания. При этом реко-

мендуется с самого начала нагревания укрепить тигель на такой высоте, на которой он должен находиться в последний наиболее длительный период прокаливания. Вначале же, держа горелку в руке, регулируют расстояние пламени от дна тигля.

Такой способ подогрева в особенности важен при сжигании органических веществ.

В большинстве случаев работы с тиглем последний должен быть закрыт крышкой на все время работы. Для наблюдения за ходом прокаливания или сжигания крышку перио-



Рис. 138. Фарфоровый тигель.

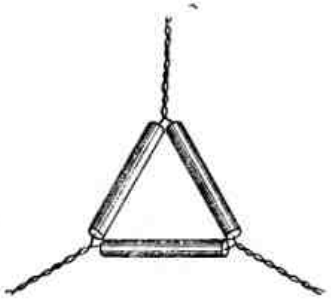


Рис. 139. Фарфоровый треугольник для тиглей.

дически снимают при помощи тигельных щипцов или пинцета. После окончания прокаливания или сжигания горелку отставляют или гасят, дают тиглю остыть некоторое время, а затем помещают его в эксикатор.

Фарфоровые тигли можно нагревать до температуры не выше 1200° С; такую температуру возможно получить, если прокаливание вести в муфельной печи.

В фарфоровом тигле нельзя проводить сплавление с щелочным веществом, например с углекислым натрием, а также работать с фтористоводородной кислотой, так как фарфор при этом разрушается.

Следует помнить, что новые, еще ни разу не использованные тигли полезно предварительно промыть и прокалить.

Это необходимо потому, что при использовании новых фарфоровых тиглей, например для озоления природных органических веществ с целью количественного определения в их золе кальция, всегда получаются повышенные

результаты. Это объясняется тем, что кальций из тигля переходит в золу, причем в зависимости от метода озоления (с применением окислителей или без них) ошибка может достигать 3—4 *мг*. Для того чтобы уменьшить ошибку и сделать ее постоянной, для подобных работ лучше использовать фарфоровые тигли, длительное время бывшие в употреблении, предварительно прокипятив их последовательно в разбавленной соляной кислоте (1 : 1), в 5 н. растворе NaOH и в дистиллированной воде. Таким же путем обрабатывают новые тигли.

Когда приходится работать с большим количеством тиглей, их необходимо предварительно переметить или прону-

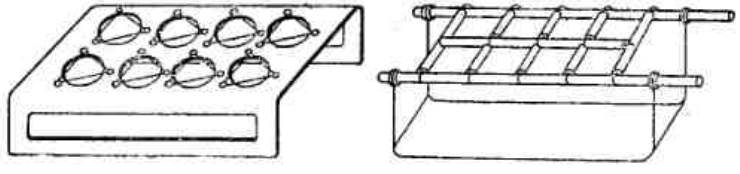


Рис. 140. Подставки для тиглей.

меровать специальной огнестойкой краской или чернилами. Метку следует ставить на неглазурованной части тигля, лучше всего на донышке. Состав такой краски или чернил указан в гл. 26 «Некоторые полезные рецепты».

При проведении массовых анализов бывает необходимым прокаливать одновременно несколько тиглей, например 8—10 штук. В подобных случаях следует применять подставки, рассчитанные на прокаливание одновременно до 10 тиглей. Эти подставки (рис. 140) изготовляют из жароупорных материалов. Из металлов для этой цели пригоден никель и жароупорные стали, из других материалов — огнеупорные глины, шамот и т. п. Подставку можно смонтировать также из фарфоровых трубок и толстой нихромовой проволоки. Каждое гнездо для тигля должно иметь предохранительное устройство из проволоки в форме треугольника. Прокаливаемые тигли помещают именно в эти треугольники.

Размеры подставок по высоте должны быть такими, чтобы в зоне устойчивой температуры печи 850 ± 25° С расстояние от дна тигля до пода муфельной печи было около 20 *мм*.

Тигли, только что вынутые из муфельной печи или снятые с горелки, нельзя ставить на деревянную, линолевую или пластмассовую поверхность стола или вытяжного шкафа. Около муфельной печи нужно положить кирпич из шамота, асбоцементную плиту или керамическую плитку, на которые помещают раскаленные тигли. После того как тигель немного остынет и исчезнет красный цвет раскаленного фарфора, тигель ставят в эксикатор для полного охлаждения.

Для получения правильных результатов анализа очень важным является продолжительность охлаждения фарфоровых тиглей в эксикаторе *. В случае, когда эксикатор заполнен тиглями, охлаждение их до момента взвешивания должно проводиться не менее 2 *ч*, так как при меньшем охлаждении возникает ошибка из-за разницы температуры весов и тиглей. Чтобы свести ошибку до минимума (0,16 *мг*), тигли в эксикаторе необходимо охлаждать не менее $1^1/_4$ *ч*, даже когда в эксикаторе находятся только два тигля. Если тигли выдерживать в эксикаторе 25—40 *мин*, как это обычно рекомендуют, разница в температуре весов и тиглей достигает 10 °С, а ошибка взвешивания составляет 2—3 *мг*. Сократить время охлаждения тиглей можно: 1) охлаждением их на воздухе перед помещением в эксикатор; 2) уменьшением количества тиглей, одновременно устанавливаемых в эксикаторе, и 3) выдерживанием тиглей в витрине весов перед взвешиванием.

Установлено, что если температура внутри эксикатора была выше температуры весов, то это приводит к кажущемуся уменьшению массы тиглей, находившихся в эксикаторе, на 0,13 *мг/град*. Чтобы избежать этой температурной ошибки, рекомендуется в эксикатор помещать на специальной подставке небольшой термометр и сличать его показания с показаниями термометра в весовой комнате. Не рекомендуется также помещать в эксикатор одновременно больше 6 тиглей**.

Воронки Бюхнера (рис. 141) отличаются от обычных стеклянных воронок тем, что они имеют перегородку с отверстиями. Для работы чисто вымытую воронку вставляют на резиновой пробке в колбу Бунзена для фильтрования. На сетчатую перегородку воронки укладывают два

* РЖХим, **1957**, № 8, 286, реф. 27095.

** Halasowski T., Przegl. glós. mlynarski, **2**, № 6, 174 (1958); РЖХим, **1959**, № 1, 162, реф. 1113.

кружка фильтровальной бумаги, диаметр которых примерно на 1 *мм* меньше внутреннего диаметра воронки. Для того чтобы вырезать такие кружки, нужно взять листок фильтровальной бумаги, наложить его на воронку и сверху слегка надавить ладонью. На бумаге получается отпечаток верхнего края воронки; обрезав по нему бумагу ножницами, примеряют и окончательно подгоняют кружок до нужной величины. Если приходится часто работать с одной и той же воронкой, следует заранее заготовить некоторый запас этих кружков фильтровальной бумаги и хранить их в эксикаторе или в большом бюксе, или же в чашке Петри соответствующей величины.



Рис. 141. Фарфоровая воронка Бюхнера.

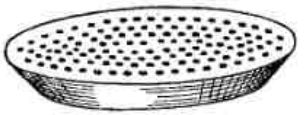


Рис. 142. Фарфоровая сетка для фильтрования.

Когда кружки уложены в воронку, их следует слегка смочить дистиллированной водой или той жидкостью, которую будут фильтровать. При этом фильтровальная бумага плотно прижимается к сетчатой перегородке, что предотвращает попадание твердого вещества в фильтрат и между кружками (а следовательно, и потерю его). Следует помнить, что смачивать фильтровальную бумагу водой можно только при фильтровании водных растворов. При фильтровании же неводных растворов (особенно не смешивающихся с водой жидкостей) необходимо фильтры смачивать тем растворителем, который образует данный раствор.

Кроме воронок Бюхнера, для фильтрования применяют фарфоровые сетки (рис. 142), которые кладут в обычную стеклянную воронку. Бумажные фильтры в этом случае должны иметь диаметр несколько больший, чем диаметр самой сетки, так чтобы при укладывании край их загибался на стенки воронки.

О фарфоровых нутч-фильтрах и о применении их см. гл. 11 «Фильтрование».

Ложки-шпатели (рис. 143) применяют в химических лабораториях для отбора вещества, для снятия осадков с фильтров и т. п.

Лодочки для прокаливания. Фарфоровые лодочки для прокаливания веществ при анализе (рис. 144) бывают различных размеров. Их не покрывают глазурью. На одном бортике лодочки имеется кольцо, за которое можно зацепить крючком при вытаскивании лодочки из печи.

Фарфоровые трубки, применяемые для лабораторных целей, также не бывают покрыты глазурью. Они имеют



Рис. 143. Фарфоровая ложка-шпатель.



Рис. 144. Фарфоровая лодочка для прокаливания.

различные диаметры — от 2 до 50 *мм* и больше. Тонкие трубки применяют как изоляторы проводов и для приготовления термопар. В последнем случае часто пользуются трубками с двумя каналами небольшого диаметра. Более широкие трубки выдерживают температуру до 1200° С, их применяют в качестве реакторов при синтезах. Обогрев их проводят в трубчатых печах.



Рис. 145. Шамотный тигель.

Высокоогнеупорная посуда

В тех случаях, когда требуется нагревание до температуры, превышающей 1200 °С, следует пользоваться тиглями из высокоогнеупорных материалов, к которым относятся: кварц, графит, алунд, шамот, так называемая гессенская глина, окислы многих металлов, карбиды некоторых металлов и др.

В современных химических лабораториях все большее значение приобретает применение высоких температур. Поэтому крайне важными стали материалы, тигли из которых могут выдерживать нагревание до 1500° С и выше, причем каждый

такой тигель используется только один раз и реже—повторно.

Шамотные тигли (рис. 145), так же как и тигли из гессенской глины, имеют верхнюю часть треугольной формы.

Алундовые тигли удобны для работы при температуре до 1600—1800 °С.

Графитовые тигли используют для высокотемпературной плавки в восстановительной среде.

Их изготовляют из смеси чешуйчатого графита и огнеупорной глины (каолина). Для повышения прочности тиглей в массу, из которой изготовляют тигли, добавляют обожженную глину. Примерный состав смеси для изготовления графитовых тиглей следующий (в частях):

Чешуйчатый графит	45—50
Огнеупорная глина (каолин)	30—35
Обожженная глина	20
Вода	20

Все эти материалы измельчают возможно тоньше, тщательно смешивают, выдерживают двое суток и снова перемешивают. Подготовленную таким образом массу помещают в форму, уплотняют и после 1—2-часовой сушки на воздухе помещают в сушильный шкаф, поднимая температуру в нем постепенно в течение четырех дней: в первый день — не выше 30, второй день — до 40, третий день — до 50 и в четвертый день — до 70 °С. Высушенный тигель обжигают в восстановительной или нейтральной среде, после чего тигель медленно и постепенно охлаждают.

Корундовые тигли по форме напоминают фарфоровые.

Перечисленные выше огнеупорные изделия не всегда удовлетворяют возросшим требованиям. Поэтому в современной лабораторной практике применяют тигли и другие лабораторные принадлежности, например трубки, изготовленные из чистых окислов, карбидов, боридов и силицидов ряда металлов. Лабораторные принадлежности из этих материалов более огнеупорны и химически инертны, что особенно важно при многих химических исследованиях.

В табл. 3 приведены материалы, применяемые для изготовления высокоогнеупорных изделий.

Тигли из этих материалов можно изготовлять в лаборатории или методом литья, или трамбовкой и прессованием при обычной температуре с применением связующих веществ, или горячим прессованием.

Когда требуются тонкостенные тигли, их изготовляют методом литья, что связано с рядом трудностей и требует особых условий.

Таблица 3

Материалы, применяемые для изготовления высокоогнеупорных изделий

Огнеупорный материал	Формула	Температура плавления °С	Предельная температура нагревания °С
Глинозем	Al_2O_3	2050	1900
Карбид бора	B_4C	2450	2100
Карбид кремния	SiC	2600	2200
Борид хрома	CrB	2760	2300
Магнезия	MgO	2800	2400
Окись бериллия	BeO	2570	2400
Окись кальция	CaO	2570	2400
Двуокись циркония	ZrO_2	2700	2500
Борид титана	TiB_2	2900	2500
Двуокись тория	ThO_2	3050	2700
Борид циркония	ZrB_2	3060	2700
Карбид титана	TiC	3140	2700
Карбид циркония	ZrC	3540	3000

Из всех указанных в табл. 3 материалов чаще всего используют глинозем высокой чистоты (99,8%-ный). Тигли из него пригодны для плавления многих металлов, как Ni, Co, Cr, Zn, Fe, стали и т. п. Эти тигли особенно удобны при работе в атмосфере водорода, а также во многих случаях кислых и щелочных плавок.

Тигли из магнезии хорошо выдерживают соприкосновение с основными расплавами, так как магнезия обладает основными свойствами. Они больше подходят для плавления при получении чистого Mn и некоторых специальных сплавов. Однако MgO обладает летучестью при температурах выше 2100 °С. Поэтому применение тиглей из MgO практически считается возможным до 2000 °С. Применение их для нагревания до 2400 °С возможно, когда летучесть MgO не будет как-либо отражаться на процессе.

Во многих случаях вместо глинозема можно пользоваться окисью циркония, но тигли из этого материала менее устойчивы, чем глинозем, при работе в восстановительной среде.

Тигли из двуокиси тория как чистой, так и в комбинации с глиноземом в качестве внутренней футеровки используют для плавки титана, чистой платины и других металлов при температуре выше 1800 °С.

Размеры и форма тиглей из окислов и других огнеупорных материалов бывают самыми разнообразными. Из этих же огнеупорных материалов изготовляют трубки, шпатели, пластины и круги для фильтрования.

При пользовании тиглями из окислов металлов нужно учитывать, что хотя эти окислы химически очень стойки, все же они в некоторых случаях могут вступать в реакцию с расплавами, особенно минералов, так как твердые вещества обладают способностью вступать во взаимодействие, особенно при высокой температуре.

КВАРЦЕВАЯ ПОСУДА

В зависимости от исходных материалов и степени их чистоты кварцевые изделия бывают: 1) непрозрачные, с шероховатой, шелковистой или гладкой поверхностью; 2) прозрачные, подобные стеклянным.

Часто из непрозрачного кварца, как более дешевого материала, делают большие сосуды, в которые впаивают трубки или окна из прозрачного кварца.

Особенностью кварцевой посуды является ее термостойкость и химическая инертность к большинству химических веществ.

Кварцевую посуду можно без риска нагревать на голом пламени горелки и сразу же охлаждать, например опустив нагретый сосуд в холодную воду. При этом сосуд не лопается.

Кварцевые изделия можно нагревать до температуры 1200 °С даже под вакуумом, и они при этом не деформируются, так как кварц плавится в пределах 1600—1700° С.

Кварцевую посуду нельзя употреблять при работе с фтористоводородной (плавиковой) кислотой и щелочами, так как кремнезем с ними взаимодействует. При сплавлении кварца со щелочами образуется соответствующий силикат (растворимое стекло), растворимый в воде.

Из кварца изготовляют: колбы всех видов, пробирки, стаканы, выпарительные чашки, тигли и пр.

Очень ценны термометры, изготовленные из кварцевого стекла, так как у них не наблюдается термического последействия и они более надежны в работе.

При работе с кварцевой посудой надо помнить следующее:

1. *Кварцевая посуда так же хрупка, как и стеклянная*, но гораздо дороже последней. Поэтому обращаться с нею следует весьма осторожно.

2. *Кварцевую посуду нельзя употреблять при работе с фтористоводородной (плавиковой) кислотой, едкими щелочами и углекислыми солями щелочных металлов.*

МЕТАЛЛИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

В лабораториях широко применяют разнообразное металлическое оборудование, преимущественно стальное.

Штатив представляет собой стальной стержень, укрепленный на тяжелой стальной подставке, чаще всего имеющей форму четырехугольника. Обычно стержень укрепляют почти у самого края меньшей стороны подставки.

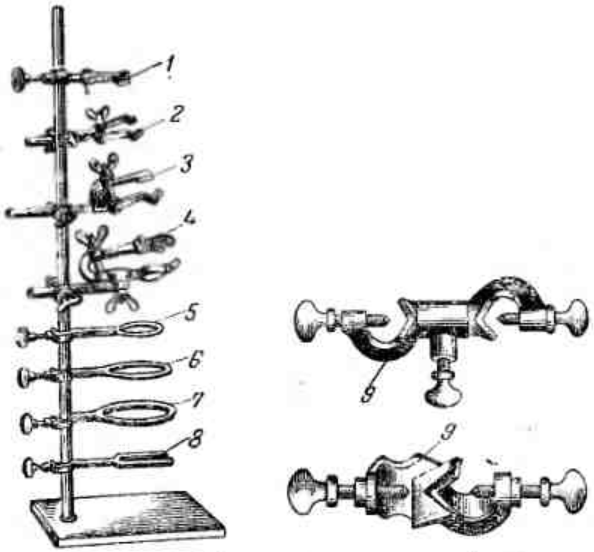


Рис. 146. Железный штатив с набором:
1, 2 — лапки малые; *3, 4* — лапки большие; *5, 6, 7* — кольца; *8* — вилка; *9* — муфты для лапок и колец.

Бывают также штативы, у которых стальной стержень укреплен не у края, а посредине подставки. В этом случае подставка имеет удлиненную форму.

Штативы служат для закрепления на них всякого рода приборов. Обычно штативы продаются с набором держателей (лапок), колец и муфт различной величины (рис. 146). Иногда держатели для бюреток бывают отлиты вместе с муфтой; лапки и муфты продаются также отдельно. Лапки бывают самых разнообразных форм и величин; они служат для закрепления бюреток, холодильников, делительных воронок, колб и т. д.

Внутренняя часть губ лапок обычно покрыта пробкой, чтобы при зажимании не раздавить стекла; если же пробковая прослойка отсутствует, на губы лапки необходимо натянуть куски резиновой трубки.

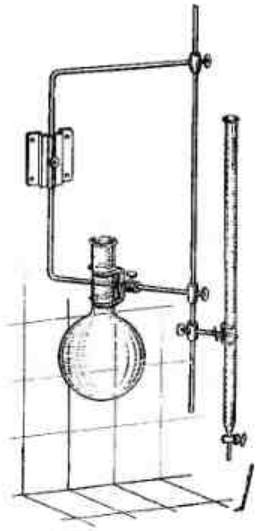


Рис. 147. Универсальный штатив.



Рис. 148. Монтажный штатив.

Кольца служат для помещения на нужной высоте колб, стаканов и других приборов.

Для многих целей может оказаться удобным универсальный штатив (рис. 147). Его прикрепляют к стене, как показано на рис. 147. Вертикальный стержень имеет длину 45 *см*, а плечи, расположенные перпендикулярно к нему,—35 *см*. При помощи муфт к плечам можно присоединять в различных направлениях металлические стержни или трубки, лапки, кольца и пр. и располагать монтируемые установки наиболее целесообразно.

Такие штативы удобны в лабораториях органической химии, в которых проводят синтезы различных веществ.

Для монтирования стационарных или легко разбирающихся стеклянных аппаратов и приборов очень удобен штатив, изображенный на рис. 148.

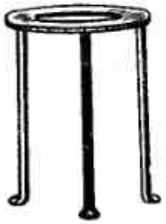


Рис. 149. Металлическая тренога.

Треноги (рис. 149) бывают разной величины и высоты. Они служат в качестве подставок для водяных и других бань, а также при нагревании больших сосудов и т. п.

Зажимы. Имеется очень большое количество конструкций зажимов, применяемых в лабораторной практике. Принципиально они могут быть двух типов: винтовые или пружинные.

В лабораториях чаще всего применяют винтовые зажимы Гофмана и пружинные Мора (рис. 150). Зажимы Гофмана хорошо применять в тех случаях, когда требуется значительная герметичность и нет надобности часто их открывать. Когда же зажимом приходится пользоваться часто (например, на бюретках, на бутылях с дистиллированной водой), удобнее пользоваться зажимом Мора.

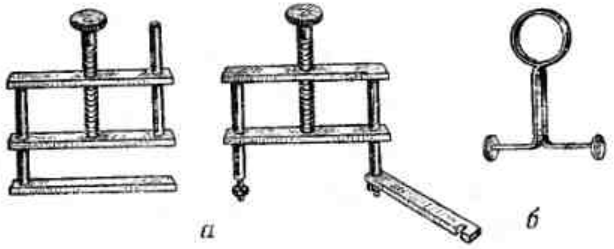


Рис. 150. Зажимы:
а — Гофмана; *б* — Мора.

Зажимы Мора имеют некоторые недостатки, в частности они не дают возможности достичь равномерного зажимания.

Значительно удобнее зажим (рис. 151), предложенный Боринцем. Этот зажим прост в обращении и не имеет недостатков, присущих зажиму Мора.

Прецизионный зажим (рис. 152) относится к винтовым зажимам. Он имеет преимущество перед другими зажимами в том, что смонтирован на устойчивом

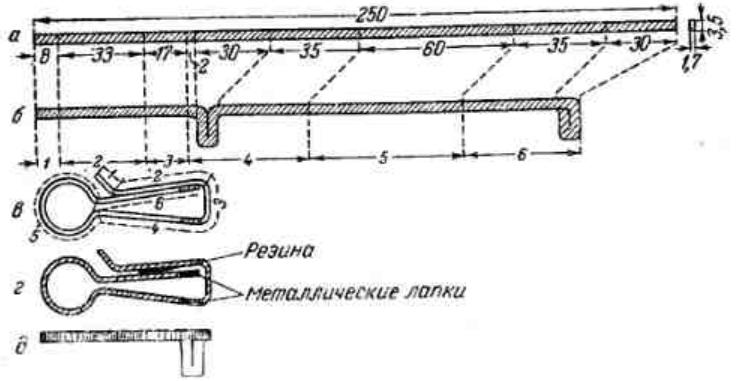


Рис. 151. Рабочий эскиз для изготовления зажима конструкции Боринца:
а — металлическая полоса с сечением 3,5×1,7 *мм*; *б* — та же полоса с согнутыми лапками; *в* — схема изготовления зажима; *г* — зажим в рабочем положении; *д* — вид зажима сбоку.

металлическом цоколе и допускает очень точную регулировку пружинящим рычагом. Завинчивая или отвинчивая гайку, можно фиксировать нужное положение.

Ухватики (рис. 153). Вместо тигельных щипцов часто удобнее пользоваться ухватиками, размеры которых подгоняют к размерам тиглей, применяемых в лаборатории. Ухватики могут быть изготовлены из нержавеющей стали или из никеля. Для больших стальных тиглей ухватики можно делать из латунной или бронзовой проволоки, лучше никелированной или хромированной.

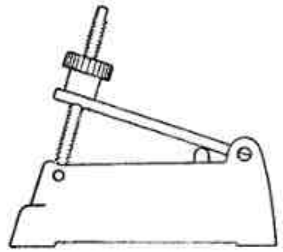


Рис. 152. Прецизионный зажим.

Тигельные щипцы (рис. 154) служат для захватывания крышек тиглей. Обычно их изготовляют из железа и никелируют.

Тигельные щипцы нужно класть на стол так, чтобы изогнутые концы их были обращены вверх, как показано на рис. 154.

Пинцеты (рис. 155) служат для взятия небольших предметов. Например, пинцетами следует пользоваться при работе с металлическим натрием, при работе с разновесом, чтобы не касаться его руками (см. гл. 5 «Весы и взвешивание»), и во многих других случаях.

Тигли металлические (рис. 156) бывают медные, чугунные, стальные, из чистого никеля, из чистого серебра,

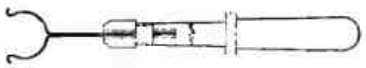


Рис. 153. Ухватик.



Рис. 154. Тигельные щипцы.

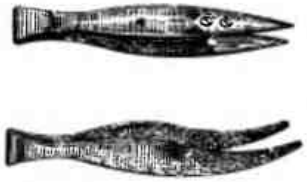


Рис. 155. Пинцеты.



а *б*

Рис. 156. Тигли:
а — металлический; *б* — платиновый.

платиновые и из сплавов платины, из чистого золота. Все они применяются при разного рода химических анализах, исследовательских работах и пр. Металлические тигли (рис. 156, *а*) требуют тщательного ухода. Их следует чистить после каждого использования. Особо осторожного обращения требуют платиновые тигли (рис. 156, *б*). Они бывают различного размера и всегда имеют в комплекте платиновую же крышку. Принятые в СССР размеры платиновых тиглей приведены в табл. 4.

В платиновых тиглях нельзя сплавлять едкие щелочи, перекись натрия, окиси и гидроокиси бария и лития, азотно- и азотистокислые соли и соли синильной кислоты. Нельзя прокаливать вещества, содержащие окислы железа, соли тяжелых металлов, таких, как сернокислый свинец, перекись свинца, окись олова, висмута, сурьмы и др.

Всякое изделие из платины перед употреблением для аналитических целей следует вначале хорошо прокалить и затем обработать 6 н. раствором HCl до исчезновения

Таблица 4

Размеры платиновых тиглей, принятые в СССР

№ тигля	Диаметр тигля *мм*	Емкость *мл*	Масса, *г*	
			тигля	крышки
1	18	4	2,5	1,5
2	20	6	4,0	2,0
3	24	8	5,5	2,5
4	25	10	7,7	2,7
5	28	15	11,5	3,5
6	30	20	16,5	4,0
7	32	25	21,5	4,2
8	35	30	25,5	4,5
9	38	40	34,0	6,0
10	42	50	44,0	7,0

желтизны (следы железа). Поверхность изделия должна быть серебристой, и не окрашенной.

Остатки в платиновых тиглях после сплавления легко растворить в смесях Na_2CO_3 и $Na_2B_4O_7$.

Платиновую посуду нельзя прокаливать в соприкосновении с какими бы то ни было металлами, кроме платины.

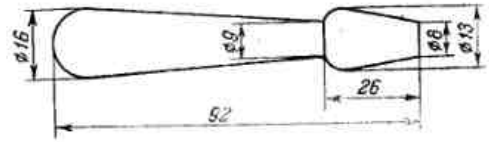


Рис. 157. Деревянная болванка для выпрямления тиглей и чашек.

Для вынимания раскаленных платиновых тиглей из муфельной печи или после прокаливания их на газовой горелке применяют специальные тигельные щипцы с платиновым наконечником, чтобы избежать соприкосновения платины с другим металлом.

Вмятины на платиновом тигле исправляют при помощи специальных буковых или дубовых болванок (рис. 157), имеющих соответствующую форму. Платиновый тигель надевают на такую болванку и выпрямляют вмятины осторожными ударами деревянным молотком, обтянутым замшей.

Следует иметь в виду, что платиновые изделия являются фондируемым материалом и находятся на строгом учете как драгоценный металл. Поэтому обращаться с платиной надо особенно осторожно. За потерю платиновой посуды виновные несут строгую ответственность.

Из других металлических тиглей часто применяют стальные. Их обычно продают в комплекте с крышкой. Стальные тигли очень удобны, когда требуется сплавление с щелочами и перекисью натрия. Эти вещества не действуют так сильно на сталь, как на другие металлы. Поэтому сплавление таких веществ в стальных тиглях безопасно. Правда, впоследствии, при растворении сплавов в кислотах, получающийся раствор загрязняется железом.

Размеры стальных тиглей приведены ниже:

	Для макроанализа	Для полумикроанализа
Диаметр, *мм*		
верхний	29—32	24—26
нижний	22—24	18—19
Высота, *мм*	35—36	30—32
Толщина стенок, *мм*	1,5—2,0	

Для сплавления с перекисью натрия в настоящее время рекомендованы тигли из циркония. Они оказались пригодными при анализе минералов, руд и сплавов.

Чашки металлические (рис. 158). Для выпаривания многих растворов применяют чашки из платины, золота и других металлов. Обращение с ними то же, что и с тиглями. Они бывают различного диаметра и емкости.

Держатели для пробирок (рис. 159) бывают металлические (рис. 159, *а*) и деревянные (рис. 159, *б*). Держателями пользуются при нагревании пробирок. На рис. 160 показаны держатели для фарфоровых чашек и стаканов.

Ступки металлические, встречающиеся в некоторых лабораториях, в большинстве случаев бывают медными или латунными. Чугунные встречаются реже, так как они менее прочны.

В металлических ступках можно измельчать только те вещества, которые не действуют на металл ступки. В остальном обращение с ними такое же, как с фарфоровыми, с той, однако, разницей, что в металлической ступке можно смело разбивать куски даже сильными ударами пестика. Так как при этом не исключена возможность выброса кусочков размельчаемого вещества, то в начале работы ступку закрывают тканью.

За лабораторными металлическими предметами следует постоянно следить и предохранять их от ржавления. Поэтому, например, штативы, муфты, лапки следует иногда, хотя бы раз в год, покрывать специальным негорючим черным лаком. Такие предметы, как треноги, зажимы,



Рис. 158. Чашка металлическая (платиновая).

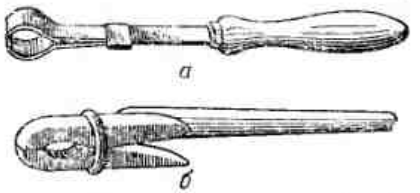


Рис. 159. Держатели для пробирок.

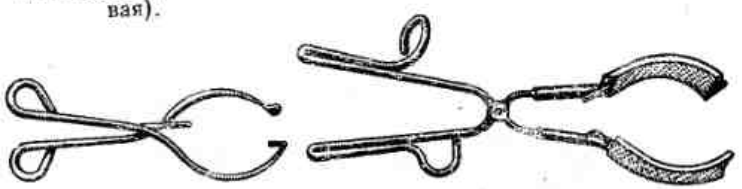


Рис. 160. Держатели для фарфоровых чашек и стаканов.

тигельные щипцы, пинцеты, металлические тигли, которые нельзя лакировать, следует очищать от ржавчины.

Чистить можно наждачной бумагой разных номеров (в зависимости от назначения предмета) или песком.

ЛАБОРАТОРНЫЙ ИНСТРУМЕНТАРИЙ

В лабораторной практике часто приходится пользоваться некоторыми простейшими инструментами.

Ниже перечислены наиболее употребительные инструменты и материалы, которые полезно иметь в лабораториях.

Ножницы.

Ножи — желательно иметь минимум два ножа: один малый, перочинный, и один большой.

Молоток.

Плоскогубцы и кусачки.

Напильники — лучше всего иметь набор их. Трехгранные напильники нужны для разрезания стеклянных трубок и палок (дротов), для зачистки пробок и других работ. Круглые напильники применяют для рассверления отверстий в пробках.

Отвертки — лучше иметь набор или хотя бы две отвертки разного размера.

Гаечные ключи — французский или шведский, или раздвижной русский.

Тиски.

Клещи.

Стальная щетка (кордовая) — для чистки металлических предметов (штативов и т. п.).

Проволока — нужно иметь небольшой запас звонковой, железной, медной и алюминиевой проволоки, жилки от электрического шнура и немного самого шнура.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Об усовершенствованных промывалках см. Weidner W., Chem. Techn., **7**, № 6, 359 (1955); РЖХим, **1956**, № 5, 290, реф. 13370.

О канальной воронке для легкоплавких веществ и концентрированных растворов см. Billitzer A. W., Lab. Pract., **8**, № 5, 172 (1959); РЖХим, **1960**, № 6, 194, реф. 22231.

О делительной воронке для последовательной экстракции тяжелой фазы см. Hanrahan R. J., J. Chem. Ed., **40**, № 2, 69 (1963); РЖХим, **1964**, 20Д38; РЖХим, **1964**, 20Д38.

О стеклянном холодильнике новой конструкции см. Segovia E., Chem. a. Ind., № 50, 1952 (1963); РЖХим, **1964**, 15Д80.

Об улучшенной модификации холодильника Аллина см. Segovia E., Chem. a. Ind., № 20, 852 (1965); РЖХим, **1965**, 24Д74.

О сифоне «Стандарт» см. Vignatti K., Chem. listy, **59**, № 3, 330 (1965); РЖХим, 23Д84.

Об аппарате новой конструкции для получения газов см. Liebetrau H., Chem. Schule, **9**, № 5, 250 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 20А30.

О получении кислорода в аппарате Киппа см. Löricke W., Math. u. Naturwiss. Unterr., **12**, № 10, 469 (1960); РЖХим, **1960**, № 16, 3, реф. 64158.

О простой автоматически действующей системе регулирования разрежения для поддержания постоянного режима отсасывания с помощью водоструйного насоса см. Tannert S., Z. anal. Chem., **171**, № 1, 1 (1959); РЖХим, **1960**, № 12 (I), 285, реф. 47452; Селиванов М. П., Безопасность работ в химических лабораториях, Медгиз, 1954, стр. 101.

Об использовании мерных цилиндров для точного отмеривания жидкостей см. Dean G. A., Analyst, **87**, № 1035, 503 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 20Е39.

О мерной колбе для вспенивающихся жидкостей см. Milwidsky B. M., Afric. Ind. chim., **17**, № 2, 68 (1963); РЖХим, **1964**, 20Д40.

О приспособлении для удобной и безопасной работы с пипетками см. Landsfeld H., Glas.- und Instr. Techn., **3**, № 5, 157 (1959); РЖХим, **1960**, № 5, 199, реф. 17695.

О полуавтоматической пипетке см. Носов П. В., Почвоведение, № 8, 101 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 5Е117.

О самозаполняющейся пипетке с одним краном см. Armbrecht B. H. A., J. Assoc. Off. Agric. Chem., **44**, № 1, 58 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 5Е116.

О некоторых аспектах применения пипеток см. Dean G. A., Herringshaw I. F., Analyst, **86**, № 1024, 434—448 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 5Е115.

О быстродействующей прецизионной пипетке с автоматическим заполнением и опорожнением см. Malmstadt H. V., Pardne H. L., Analyt. Chem., **34**, № 2, 229 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 13Е33.

О промывалке для пипеток см. Sperling H., Chem. Techn., **14**, № 4, 242 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 22Е53.

О простых безопасных конструкциях пипеток см. Clar N. T., Lab. Pract., **11**, № 5, 379 (1962); РЖХим, 1962, реф. 22Е51.

О пипетке с фильтрующей насадкой см. Пузако В. Д., Штольц А. К., Труды Уральского политехн. ин-та, сб. 121, 1962, стр. 106; РЖХим, **1963**, реф. 1Д73. Rapoport M., Hancoik C., Kinney, J. Chem. Educ., **39**, № 2, 98 (1962); РЖХим, **1964**, 20Д39.

О пипетке для низкокипящих растворителей см. Eberhagen D., Chem. Ing. Techn., **35**, № 8, 590 (1963); РЖХим, **1964**, 9Д79.

Об автоматической микропипетке см. Ульянова Н. Д., Лаб. дело, № 8, 51 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 8Д71.

Обзор о бюретках см. Dieter M., Chem. Labor. u. Betr., 7, № 1, 9 (1956); РЖХим, **1956**, № 20, 245, реф. 65491.

О бюретке с постоянной скоростью подачи жидкости см. Gwilt J. R., Robertson A., Chem. a. Ind., № 35, 1088 (1959); РЖХим, **1960**, № 9, 157, реф. 34669.

О бюретке для окислительно-восстановительных методов титрования см. Matrka M., Smetana B., Sagner Z., Chem. prum., 8, № 7, 367 (1958); РЖХим, **1959**, № 11, 133, реф. 38470.

О бюретке для титрования растворов требующих инертной атмосферы и легко изменяющихся, см., McEwen D. J., De Vries Th., Anal. Chem., **30**, № 11, 1889 (1958); РЖХим, **1959**, № 8, 184, реф. 27270.

О бюретке с автоматической записью результатов см. Miller, Anal. Chem., **30**, № 12, 2067 (1958); РЖХим, **1959**, № 11, 133, реф. 38469.

О прецизионной бюретке см. Chalmers R. A., Thomson A., Analyst, **85**, № 1008, 226 (1960); РЖХим, **1960**, № 16, 164, реф. 65274.

Об универсальной бюретке для непрерывного титрования см. Кудрявцев А. А., Труды Всесоюзн. ин-та эксперимен. ветеринарии, т. 22, Сельхозгиз, 1959, стр. 348.

О бюретке-полуавтомате см. Рустамов М. Н., Зав. лаб, **21**, № 10, 1249 (1955).

О новом универсальном приборе для высокочастотного анализа при различных методах титрования см. Урусовская Л. Г., Гурьев И. А., Труды по химии и хим. технол., вып. 2, Горький, 1960, стр. 292.

О термостатированной бюретке см. Gaina T., Niac G., Studia Univ. Balbeş-Balyai, Ser. chem., **10**, № 1, 147 (1965); РЖХим, **1966**, 1Д102.

О прецизионном приборе по методу биений для высокочастотного титрования см. Ю. Ю. Самитов, Изв. вузов, Сер. хим. и хим. технол., **3**, № 4, 743 (1960).

О приспособлении для автоматической установки уровня жидкости на нулевом делении бюретки см. Пчелинцев Д. А., Зав. лаб., **22**, № 3, 361 (1956).

Незаедающий кран для бюреток описан Grawford C. M., J. Chem. Educ., **35**, № 8, 380 (1958); РЖХим, **1960**, № 5, 12, реф. 16437.

О весовых бюретках см. Hahn Z., Z. anal. Chem., **167**, № 3, 104 (1959); РЖХим, **1960**, № 10, 153, реф. 38555; Thoburn J. H., J. Chem. Educ., **36**, № 12, 616 (1959); РЖХим, **1960**, № 11, 5, реф. 41508; Bishop E., Anal. Chim. Acta, **20**, № 4, 315 (1959); РЖХим, **1959**, № 19, 102, реф. 67593.

О весовой бюретке усовершенствованного типа для объемного анализа см. Redman H. N., Analyst, **88**, 654 (1963); РЖХим, **1964**, 6Д69.

О поршневых бюретках см. Wolf S., Chem. Rund., **10**, № 18, 419 (1957); РЖХим, **1958**, № 8, 167, реф. 25003; Wolf S., Glas- und Instr. Techn., **2**, № 9, 9 (1958); РЖХим, **1959**, № 10, 129, реф. 34713.

О поршневой бюретке для микрохимических титрований см. Ihn W., Steininger H., Chem. Techn., **15**, 691 (1963); РЖХим, **1964**, 11Д64.

О бюретке с постоянной скоростью вытекания жидкости см. Fijolka P., Schulz G., Chem. Techn., **15**, 750 (1963); РЖХим, **1964**, 16Д52.

Об усовершенствованных кранах без смазки см. Sewel P. R., Chem. a. Ind., 1963, № 46, 1834; РЖХим, **1964**, 17Д12.

Устройство автоматической бюретки см. Hajek A., Chem. prum., **10**, № 8, 423 (1960); РЖХим, **1961**, № 3, 173 (61), реф. 3Е49.

О приспособлении для титрования темных растворов см. Арбузов Г. А., Кузнецов А. Р., Павлов Н. Н., Зав. лаб., **27**, № 2, 225 (1961).

О прецизионном автоматическом регистраторе уровня жидкости в бюретке см. Forguharson J., Rev. Sci. Instr., **31**, № 7, 723 (1960); РЖХим, **1961**, № 4, 156 (54), реф. 4Е61.

Обзорную статью об автоматическом химическом анализе см. Muller R. H., Ann N. J., Acad. Sci., **87**, № 2, 611 (1960); РЖХим, **1961**, № 4, 121 (19), реф. 4Д1.

Об автоматическом титраторе для химических анализов см. Векслер М. В., Зав. лаб., **26**, № 9, 1146 (1960).

Приспособление для работы с растворами, чувствительными к действию воздуха, описал Воскресенский А. А., Зав. лаб., **29**, № 8, 1012 (1963); РЖХим, **1965**, 3Д90.

О регистрирующей горизонтальной газовой микробюретке см. Сигов С. А., Рыбаков В. В., Труды Среднеазиатского политехн. ин-та, вып. 9, 40 (1959).

О двух простых изменениях в аппарате Киппа, которые дают возможность использовать аппарат для получения газов, находящихся под давлением выше обычного, см. Kulesár G. I., Szabó L., Kulesár-Novakovà M., Studia Univ. Balbeş-Balyai, Chem., **3**, № 4, 89 (1958); РЖХим, **1961**, № 3, 174 (62), реф. 3Е53.

О предохранении стеклянной посуды от поломок путем нанесения на ее поверхность слоя поливинилхлорида см. Crow J. J., Chemist Analyst, **48**, № 4, 102 (1959); РЖХим, **1960**, № 15, 164, реф. 61265.

Об опасности взрыва, возникающего вследствие образования электрического заряда у пластмассовой тары, см. Heidelberg E., Schön G., Berufsgenossenschaft, **1960**, № 7, 265; РЖХим, **1961**, № 5, 367 (49), 5И447.

Безопасная промывная склянка и предохранительный газовый клапан описаны Molau G. E., Keller R. T., J. Chem. Educ., **42**, 563 (1965); РЖХим, **1966**, 21А79.

Об изготовлении лабораторных изделий из политена см. Бабкин А. Г., Трофимов Г. В., Горощенко Я. Г., Зав. лаб., **26**, № 3, 380 (1960).

О новой лабораторной посуде из политена и ее характеристике см. Штанников Е. В., Лаб. дело, № 2, 55 (1958).

О высокоогнеупорных материалах см. Stoddard S. D., Harper W. T., Ind. Ceram., № 486, 127 (1957); Am. Ceram. Soc., Bull., **36**, № 3, 105 (1957); РЖХим, **1957**, № 24, 243, реф. 77747.

О новых пластмассах для лабораторного использования см. Mod. Technol. Austral., **4**, № 4, 113 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 13Д81.

О полимерных материалах как заменителях стекла, фарфора и платины см. Бюлл. научно-исследовательской информации МГиОН СССР, 1959, № 4 (21), 65; РЖХим, **1962**, реф. 3Е42.

О применении эпоксидных смол в качестве материала для изготовления криогенной аппаратуры см. Natzel R. G., Dillinger S. R., Rev. Sci. Instr., **32**, № 7, 855 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 5Е75.

О пластмассах в лаборатории и лабораторных приборах и посуде из пластмасс см. Schramm W., Glas- und Instr. Techn., № 1, 20 (1964); РЖХим, **1964**, 15Д2.

О тефлоне и его значении для производства стеклянной аппаратуры см. Kleinteich R., Glas — Email—Keramo — Techn., № 2, 41 (1964); РЖХим, **1964**, 21Д37.

О полиэтиленовой прокладке для эксикаторов см. Welcher R. P., Chemist Analyst, **55**, 22 (1966); РЖХим, **1966**, 15Д74.

О хранении стандартных растворов в полиэтиленовых емкостях см. Hamilton E., Nature Engl.), **193**, № 4811, 200 1962); РЖХим, **1962**, реф. 15Е53.

О приемах изготовления лабораторной аппаратуры из полиэтилена см. Васильев Ю. В., Макаров В. Г., Погосов Ю. Л., Зав. лаб., **28**, № 4, 507 (1962).

О лабораторном методе изготовления малых тиглей из окиси алюминия см. Levanone I., J. Sci. Instr., **38**, № 9, 372 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 6Е97.

О простом индикаторе давления для вакуумных эксикаторов см. Godfrey G., **39**, № 5, 240 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 22Е67.

Об условиях работы с платиной см. Röhm M., Chem. Lab. u. Betr., **9**, № 4, 144 (1958); РЖХим, **1958**, № 21, 149, реф. 70722.

Обработка платины и уход за ней описаны Wijsman H., Chemie en techniek, **18**, 419, 421 (1963); РЖХим, **1964**, 6К38.

О платиновых лабораторных приборах см. Sagoschen I., Chem. Ztg., Chem. Apparat., 88, 420 (1964); РЖХим, **1966**, 16Д69. Приводятся сведения о коррозионной, термической и механической устойчивости.

О применении циркониевых тиглей см. Anibal R. P., Anal. Chem., **32**, № 2, 293 (1960); РЖХим, **1960**, № 16, 163, реф. 65261.

О применении циркониевых тиглей в аналитической химии см. Гото Хидедзи, Титанируму, **12**, 44 (1964); РЖХим, **1964**, 21Д32.

Об изготовлении серебряных тиглей для определения железа в силикатах см. Buchanan E. B., Diene H., Anal. Chem., **32**, № 9, 1216 (1960).

О ступке для измельчения твердых кристаллов см. Штейнберг А. Н., Зав. лаб., **29**, 1013 (1963); РЖХим, **1964**, 8Д7.

Глава 2

МЫТЬЕ И СУШКА ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ

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 (мыло, синтетические моющие вещества, моющие глины и пр.).

5. Если загрязняющий посуду осадок химически стоек, для удаления его можно применить 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 незнаком 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.

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. Стеклянная посуда считается чистой, если на стенках ее 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

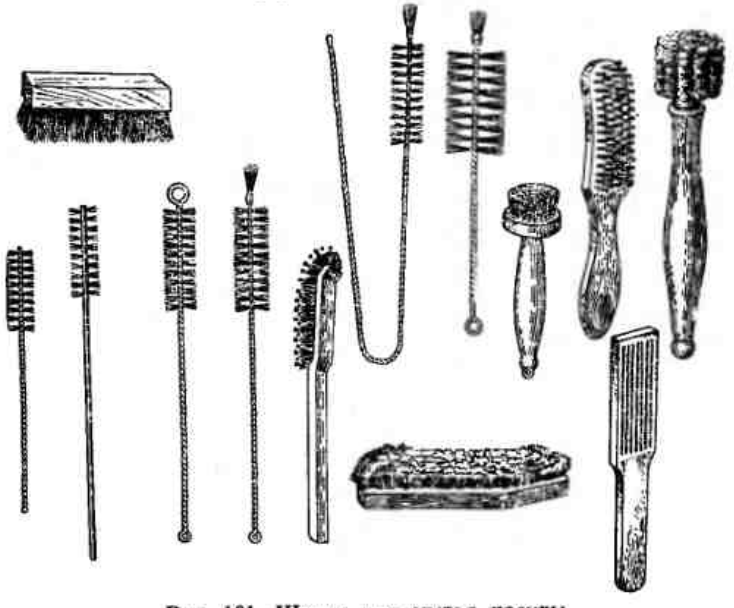


Рис. 161. Щетки для мытья посуды.

водой) щеткой или ершом (рис. 161) и уже затем окончательно моют водой.

При работе с ершом нужно следить, чтобы нижний конец его не ударялся ни о дно, ни о стенки посуды, так как этим концом можно выбить дно или проломить стенку. Чтобы

предотвратить возможность разбивания посуды металлическим концом ерша, на кончик его нужно надеть кусочек резиновой трубки подходящего размера.

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

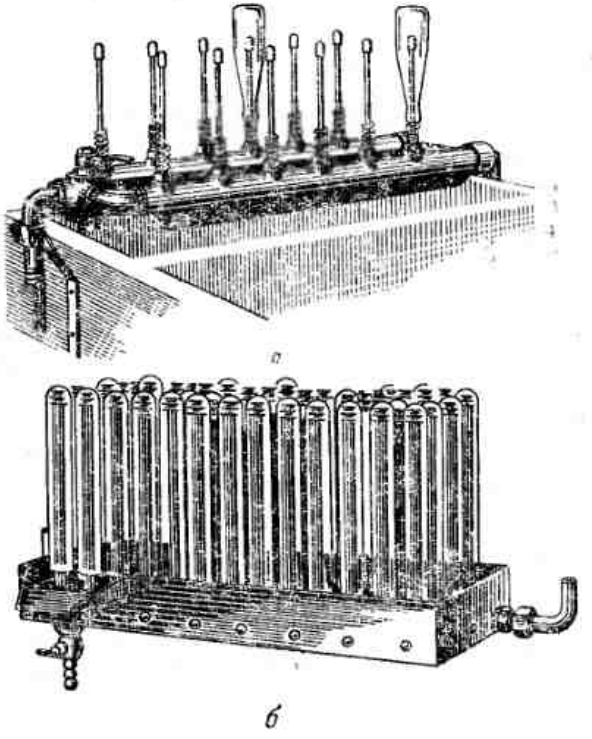


Рис. 162. Приспособления для мытья посуды водой и паром.

В больших лабораториях, где имеется отдельное помещение для мытья посуды (так называемые мойки), иногда применяют специальные приспособления для мытья водой и паром (рис. 162, *а*).

Для мытья пробирок водой или паром нетрудно сделать в любой мастерской приспособление (рис. 162, *б*), состоящее из четырехугольного ящика (400 × 160 × 90 *мм*) с двойным дном. В верхнее дно вставляют 65 трубок длиной по 170 *мм* и диаметром, соответствующим диаметру

наиболее употребительных пробирок. Вверху каждой такой трубки помещена спираль. Надетая на трубку пробирка своим дном опирается на эту спираль. Ящик имеет сток для воды и снабжен двумя кранами: один — для воды, другой — для пара.

Этот прибор можно приспособить для мытья и другой посуды, например стаканов, колб и пр. Для этого трубки следует сделать вывинчивающимися и при необходимости разрежать их так, чтобы на часть трубок можно было поместить стакан или колбу. Отверстия после вывинчива-

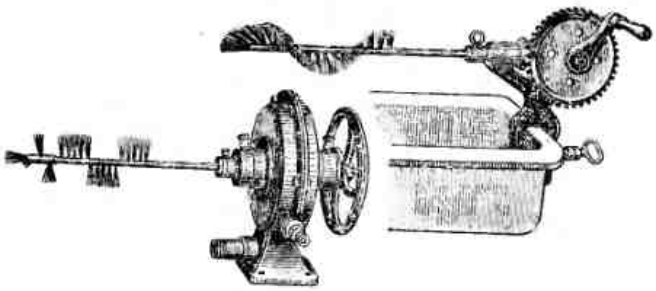


Рис. 163. Приспособление для чистки посуды щетками.

ния трубок закрывают резиновыми или завинчивающимися металлическими пробками.

Для механизированной чистки посуды щетками служат специальные приспособления (рис. 163).

В СССР выпускают машины для мытья лабораторной посуды, например Ц-2198 Пензенского завода «Дезхимоборудование». Эта машина предназначена для мытья мелкой посуды: пробирок, кристаллизаторов, чашек Петри, предметных стекол и пр. Машина состоит из трех ванн из нержавеющей стали и снабжена устройством для предварительной очистки особо загрязненной посуды ершами. В двух ваннах имеются приспособления для создания потоков жидкости. Первая ванна предназначена для предварительного отмачивания грязной посуды в течение 15—25 *мин* в потоках моющего раствора. Для подогревания моющего раствора в нижней части этой ванны имеется электронагреватель; он автоматически отключается, когда температура раствора достигает 95° С, и включается, когда температура понижается до 85° С. Вторая ванна служит для предварительного ополаскивания посуды (в течение 10 *мин*) в растворе горчицы или в горячей воде, нагретой до 60° С. В третьей ванне посуда окончательно ополаскивается в теплой воде, нагретой до 30° С. Перед мытьем лабораторную посуду помещают в корзину. Загрузка и выгрузка машины производятся вручную. Машину обслуживает один человек.

Рижский завод «Страумс» выпускает посудомоечную машину бытового назначения, но она может быть использована и для мытья химической посуды (рис. 164).

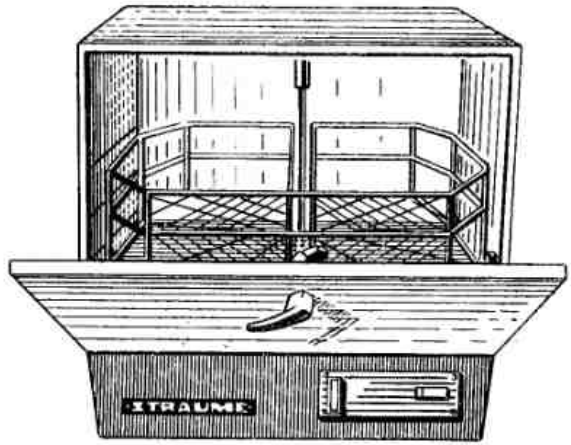


Рис. 164. Посудомоечная машина «Страуме».

Остатки ненужных растворов, содержащих соли ртути, серебра, золота, платины и других ценных или редких металлов, а также иода следует собирать в предназначенные для этого банки. Из собранных растворов и осадков затем регенерируют соответствующие вещества. Так следует поступать и с ценными органическими веществами, например алкалоидами.

В раковину нельзя выливать и выбрасывать концентрированные растворы кислот и щелочей, хромовую смесь (см. стр. 161), *дурно пахнущие и ядовитые вещества, металлический натрий 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 самым лучшим, но он редко применяется, так как требует длительного времени. Если обычно колбу можно вымыть за 5—10 *мин*, то для мытья паром нужен минимум 1 *ч*. Когда требуется особенно чистая посуда (для проведения ряда физико-химических работ), ее предварительно моют каким-либо обычным способом, после чего пропаривают.

Для мытья паром в колбу (рис. 165, *а*) емкостью 3—5 *л* до половины наливают воду, на дно кладут несколько кусочков пемзы или стеклянные капилляры (для равномерного и спокойного кипения). Колбу плотно закрывают пробкой. В пробку вставляют трубку для подводки пара и воронку, через которую в колбу стекает конденсат. Конец воронки для предотвращения прорыва пара опускают в воду приблизительно на 2—3 *см*. Верхний конец трубки вводят в сосуд, который укрепляют в кольце или лапке штатива. Другие приспособления для мытья химической посуды паром показаны на рис. 165, *б* и *в*.

После мытья паром посуду, не перевертывая, высушивают или продуванием чистого воздуха, или в сушильном шкафу, или же просто на воздухе, но при этом нужно следить, чтобы не загрязнить ее.

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

* Наилучшие результаты дает применение изопропилового спирта, особенно в сочетании с ультразвуковой обработкой поверхности стекла. Этот прием описан Putner T., Brit. J. Appl. Phys., **10**, 332 (1959); РЖХим, **1960**, № 11, 85, реф. 42073.

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. Для этого применяют аппарат (рис. 166), представляющий собой металлический сосуд *3*, на дно которого наливают органический растворитель, преимущественно высококипящий (например, хлорированные

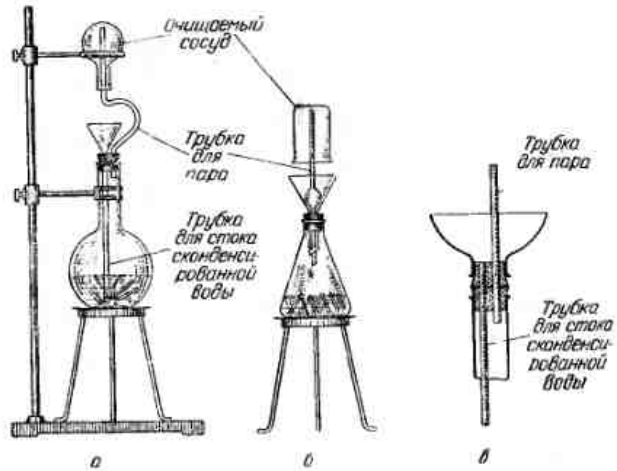


Рис. 165. Приборы для мытья посуды паром.

углеводороды и т. п.). В сосуд на треноге *2* помещают корзину *4* из проволоки. В эту корзину укладывают посуду так, чтобы горла сосудов были обращены вниз. Сосуд плотно закрывают крышкой *6*. Верхняя часть сосуда имеет охладительное устройство *5* в виде змеевика с 3—4 оборотами. Змеевик одним концом присоединен к водопроводному крану, а на другой конец надевают резиновую водоотводную трубку, опущенную в раковину.

Если охлаждение змеевиком окажется недостаточным, в крышку сосуда можно вставить обратный холодильник Сокслета.

Работу с аппаратом следует проводить под тягой.

В зависимости от горючести растворителя и его температуры кипения, обогрев можно проводить или голым пламенем, или на электроплитке, или на водяной бане. Продол-

жительность обработки парами растворителя зависит от того, насколько загрязнена посуда. Очень загрязненную смолами или маслами посуду приходится иногда обрабатывать несколько раз, причем каждый раз в сосуд следует наливать свежий растворитель.

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 (см. гл. 12 «Дистилляция»).

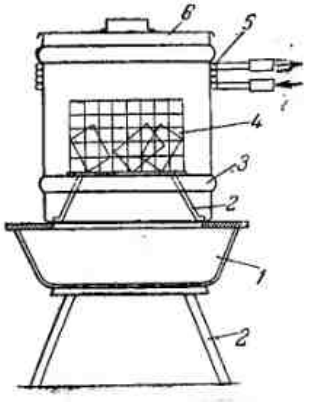


Рис. 166. Аппарат для мытья посуды парами органических растворителей:
1 — водяная баня; *2* — тренога; *3* — сосуд с растворителем; *4* — корзина для посуды; *5* — змеевик; *6* — крышка.

Мытье другими моющими средствами. Для мытья посуды можно применять и другие вещества, например мыло и особенно 10%-ный 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, так как он царапает стекло.

Посуда, имеющая царапины, при нагревании обычно лопается.

Химические методы очистки посуды

Мытье хромовой смесью. Очень часто в лабораториях для мытья посуды применяют хромовую смесь, так как 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 двухромовокислого калия и осторожно нагревают в фарфоровой чашке на водяной бане до растворения его.

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

Смесь готовят из расчета:

Вода	100 *мл*
Двухромовокислый натрий	6 *г*
Серная кислота, $d_4^{20}=1{,}84$	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 внутренние стенки его. 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 (лучше теплой), потом дистиллированной.

Сильно загрязненную посуду моют хромовой смесью несколько раз.

Труднее всего отмываются загрязнения на горлышках колб. Чтобы отмыть их, хромовую смесь наливают в стакан, опускают в него горло колбы, слегка обогретой (достаточно нагревания рукой), 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, как описано выше.

Хромовая смесь служит довольно долго. После длительного употребления ее цвет из темно-оранжевого переходит в темно-зеленый, что служит признаком ее дальней-

шей непригодности для мытья. В лаборатории всегда должен быть запас хромовой смеси *.

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

Неопытные работники при мытье пипеток и трубок часто набирают хромовую смесь в них ртом. При этом случается, что хромовая смесь засасывается в рот, вызывая ожоги полости рта и порчу зубов. Хромовую смесь следует набирать в пипетку при помощи резиновой груши без баллона (рис. 167). К груше присоединяют резиновую трубку, конец которой надевают на пипетку. Сжав рукой грушу, чтобы удалить из нее воздух, и закрыв большим пальцем отверстие для поступления воздуха, пипетку опускают в хромовую смесь. Постепенно разжимают руку



Рис. 167. Резиновая груша, надетая на пипетку.

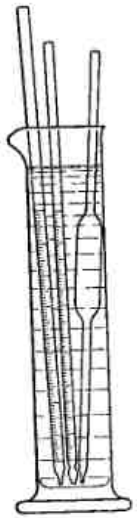


Рис. 168. Мытье пипеток, бюреток и трубок в толстостенном цилиндре.

* Хромовую смесь иногда готовят из разбавленной серной кислоты, но в этом случае она менее эффективна.

(большой палец с отверстия не снимать), внутри пипетки образуется разрежение и хромовая смесь поднимается в нее. Набрав полную пипетку и продержав в ней хромовую смесь 1—2 *мин*, отнимают большой палец от отверстия груши и дают жидкости стечь.

Повторив несколько раз эту операцию, пипетку моют, как обычно.

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 на половину. 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. 168).

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 ее хромовой смесью, содержащей серную кислоту, нельзя, так как получающийся сернокислый барий образует на стенках посуды трудно удаляемый осадок.

Нужно заметить, что хромовую смесь полезно применять слегка подогретой (до 45—50° С), тогда она действует сильнее.

Подогреть хромовую смесь можно по-разному:

1) отлив некоторое количество хромовой смеси в колбу, ее подогревают на горячей водяной бане;

2) *осторожно* добавляют в хромовую смесь немного воды и концентрированной серной кислоты;

3) можно также отмываемый предмет предварительно сполоснуть горячей водой.

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

Мытье марганцевокислым калием. Хорошим средством для мытья посуды является 4%-ный раствор марганцевокислого калия.

Раствор марганцевокислого 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 ее температура раствора была около 50—60° С. Обычно на 100 *мл* раствора марганцевокислого калия бывает достаточно добавить 3—5 *мл* концентрированной серной кислоты.

Нужно брать именно серную кислоту и ни в каком случае не соляную, так как последняя окисляется марганцевокислым калием с образованием свободного хлора.

Иногда после мытья посуды раствором марганцевокислого калия на стенках ее появляется бурый налет; его можно удалить, споласкивая посуду 5%-ным раствором кислого сернистокислого натрия ($NaHSO_3$), растворами закисного сернокислого железа ($FeSO_4$), соли Мора или органических кислот, лучше всего щавелевой. После этого посуду моют водой.

При работе с подкисленным раствором марганцевокислого калия следует придерживаться тех же приемов мытья и мер предосторожности, которые описаны выше для хромовой смеси.

Отработанный подкисленный раствор марганцевокислого калия обычно выливают и повторно не используют. Если же применялся неподкисленный раствор, его можно использовать несколько раз.

Подкисленным раствором марганцевокислого калия очень хорошо очищаются ртутные насосы, трубки барометров и пр.

Иногда можно применять раствор марганцевокислого калия, в который добавляют какую-нибудь щелочь. Такой раствор является более мягким окислителем, и после мытья им стенки посуды покрываются бурым налетом двуокиси марганца, удаление которого проводится одним из приемов, описанных выше.

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%-ного 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 марганцевокислого 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 ее 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 (д 40%) раствором щелочи (NaOH, KOH). Смолы большей частью растворяются или 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.

Продолжительность обработки кислотой или щелочью зависит от особенностей смолы*. В одних случаях смолу можно удалить, встряхивая колбу в течение 5—10 *мин*, в других же случаях приходится отмывать смолу в течение нескольких часов, периодически встряхивая колбу.

Обращаться с концентрированными серной кислотой и щелочью нужно *осторожно*; *кислоту нельзя выливать в раковину*. Загрязненную смолой серную кислоту или щелочь следует сливать в глиняные или стеклянные банки,

---

* Растворимость смолы зависит от того, насколько далеко зашла термическая деструкция (пиролиз) органического соединения, из которого образовалась смола, и как много содержится в ней угля (свободного углерода).

которые всегда должны стоять около водопроводной раковины. *Сливать в одну банку кислоту и щелочь нельзя*, так как при этом будет происходить нейтрализация, сопровождающаяся сильным разогреванием, вследствие чего содержимое банки может разбрызгиваться*.

Кроме растворов едких натра или кали, полезно пользоваться и менее сильными щелочами, например известковым молоком, что, в частности, очень удобно для мытья посуды, загрязненной керосином. Для этого в посуду наливают раствор известкового молока (5—10%) и энергично встряхивают. Повторяя операцию два-три раза, очищают посуду от следов керосина. Много известкового молока брать не следует. На колбу емкостью 1 *л* достаточно взять 100—200 *мл*.

После обработки известковым молоком посуду моют теплой водой**.

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, на ручку которого надета резиновая трубка, чтобы не царапать стекло бюретки. 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 марганцевокислого калия, подкисленным серной кислотой или хромовой смесью. Эту операцию повторяют по нескольку раз, сливая и вновь наливая в бюретку моющий раствор. 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 стенках ее 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%-ным 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.

Для аналитических работ чистота посуды имеет особо важное значение. Нередко ошибки в определениях могут происходить именно вследствие недостаточно чисто вымытой посуды.

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%-ного раствора дитизона 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 четырех-

---

* Содержимое таких банок следует выливать в специальные ямы и только в крайнем случае в канализацию, причем тогда нужно пустить сильную струю воды.

** Об ускоренном способе ополаскивания химической посуды и применяемом для этого приспособлении см. Андреева В. А., Лаб. дело, № 3, 50 (1960).

хлористым углеродом и специально очищенной дистиллированной водой.

Однако случается, что такая обработка не дает нужного эффекта. Тогда посуду вначале обрабатывают 1%-ным водным раствором диэтилдитиокарбамата, встряхивая в течение нескольких минут, а затем раствор сливают, промывают посуду дистиллированной водой, очищенной раствором дитизона.

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).

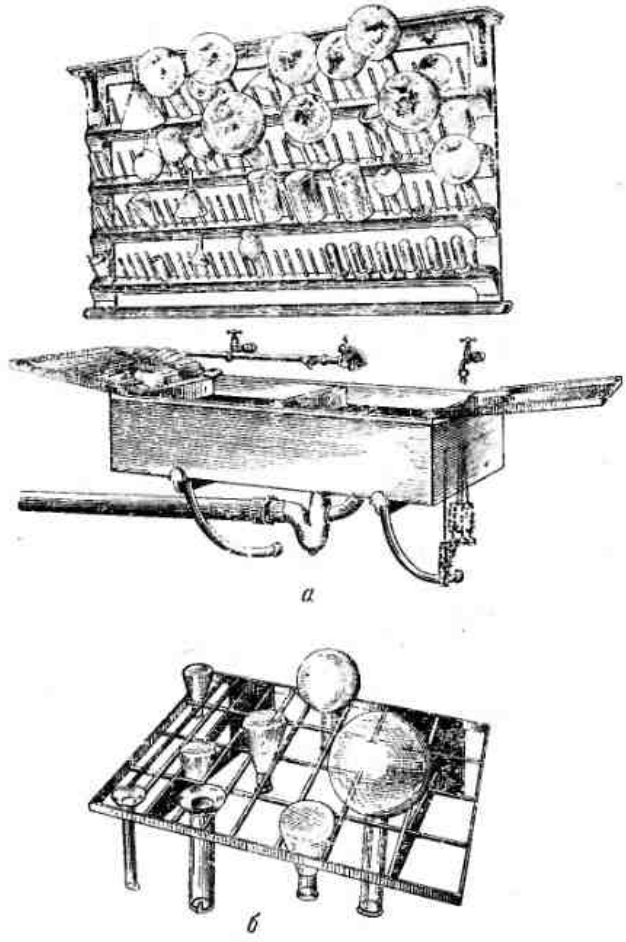
Различают: а) методы холодной сушки (без нагревания); б) метод горячей сушки (при нагревании).

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

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 (рис. 169, *а*). Вымытую посуду надевают на эти колышки и оставляют на них до тех пор, пока она не высохнет. Нужно следить за чистотой колышков и протирать их, так как 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. Когда на колышках сушат воронку, то конец ее полезно также обернуть куском фильтровальной бумаги. Очень удобно сушить посуду на специальных решетках (рис. 169, *б*).

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 (рис. 170). Это — обычный стол, в крышке которого прорезаны круглые отверстия (гнезда) различного диаметра. Вымытую посуду опрокидывают и помещают в гнездо или над гнездом соответствующего диаметра. Таким образом, внутренняя поверхность сосуда не может загрязниться. Чтобы стекающая из посуды вода не попадала на пол, на некотором расстоянии под крышкой стола устанавливают плоскую воронку из жести. Посредине ее устроен сток.



а

б

Рис. 169. Сушка посуды:

а — водопроводная раковина, приспособленная для мытья посуды; над ней расположена доска с колышками для сушки посуды; *б* — решетка для сушки посуды.

Сушка воздухом. Вымытую посуду можно высушить струей воздуха. В тех лабораториях, где нет проводки сжатого воздуха, следует применять меха, электрические воздуходувки или резиновые груши (рис. 171). Сушить можно как холодным, так и нагретым водухом. Воздух нагнетзют при помощи груши или мехов через резиновую трубку, которую надевают на стеклянную трубку* с оплавленным концом такой длины, чтобы она доходила до дна высушиваемого сосуда и снаружи оставался еще конец ее примерно в 10 *см*. Через высушиваемый сосуд продувают воздух до полного удаления следов влаги.

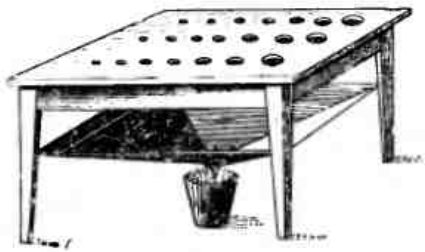


Рис. 170. Стол для высушивания посуды

Если в лаборатории имеется проводка сжатого воздуха, то его следует использовать для сушки посуды. В этом случае воздух необходимо очистить от пыли и других механических загрязнений путем фильтрования его через слой чистой ваты, помещенной в поглотительную колонку (рис. 172). Лучше применять стеклянную вату, которая мало подвержена химическим воздействиям и не набухает от воды или ее паров. Воздух поступает в нижнее отверстие колонки, проходит через слой ваты и из верхнего отверстия поступает в металлический змеевик, другой конец которого снабжен резиновой трубкой с насаженной на нее стеклянной трубкой. Нагревая змеевик на подставленной снизу горелке и пропуская через него одновременно воздух, посуду сушат подогретым воздухом.

Нагревание надо проводить на небольшом пламени и следить, чтобы змеевик не перегрелся, так как при этом может пострадать резиновая трубка.

* В месте соединения резиновой трубки со стеклянной хорошо положить кусочек ваты для фильтрования воздуха.

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

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

Для сушки можно пользоваться и метиловым спиртом, но работать с ним лучше в вытяжном шкафу, так как пары метилового спирта вредны.



Рис. 171. Резиновая груша.



Рис. 172. Поглотительная колонка.

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 (см. стр. 71), заполненные силикагелем, хорошо адсорбирующим пары воды. В эксикаторы при этом помещают твердые водопоглощающие вещества, но не серную кислоту.

Методы сушки при нагревании

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

Нагревание следует проводить *осторожно*, так как 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 (см. гл. 16). 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, так как 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 следующее:

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 (иод, 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. По возможности следует механизировать процесс мытья химической посуды.

13. Для отмывания загрязнений применяют наиболее дешевые материалы.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О лабораторном приборе для мытья стеклянной посуды (автоматизированное мытье) см. Anal. Chem., **32**, № 12, 1573 (1960).

О приспособлении для мытья пипеток см. Richerzhagen M., Röntgen u. Laboratoriumsprax., **13**, № 8, 150 (1960); РЖХим, **1961**, № 6, 176 (62), реф. 6Е81.

О мытье и сушке пипеток см. Roszicky W., Chemist Analyst, **42**, № 4, 103 (1953); РЖХим, **1955**, № 2, 190, реф. 2382.

Описание стола для мытья и сушки лабораторной посуды см. Förch J. H., Chem. Weekbl., **49**, № 13, 222 (1953).

Новая конструкция досок для стока воды с промытой лабораторной посуды описана Zimmer D., Glas- und Instr. Techn., **7**, 626 (1963); РЖХим, **1964**, 18Д35.

О новой машине для мытья пипеток см. Crisp L., R., Lab. Pract., **13**, 43 (1964); РЖХим, **1964**, 18Д34.

О лабораторной воздуходувке-сушилке см. Naeff M., Benton J., Chem. Educ., **39**, 601 (1962); РЖХим, **1965**, 4А66.

Об очистке стеклянной посуды см. Kleinteich R., Chem. Lab. u. Betr., **12**, № 8, 323 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 5Е114.

Об адсорбции хромовой кислоты на кварце см. Canad. J. Chem., 40, № 5, 65 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 18Б432.

О сорбции следовых количеств элементов на стекле см. Beneš P., Chem. listy, **60**, 153 (1966); РЖХим, **1966**, 17Б988.

* В некоторых пособиях и прописях анализов рекомендуют нагревать мерные колбы и другую мерную посуду на водяной бане. Такой прием работы нельзя считать правильным, так как мерная посуда после нагревания не сразу принимает свой первоначальный объем. Мерную посуду, подвергавшуюся нагреванию, следует проверить (см. стр. 124).

Глава 3

ПРОБКИ И ОБРАЩЕНИЕ С НИМИ

В лаборатории обычно употребляют корковые, резиновые, полиэтиленовые, стеклянные и др. пробки.

Корковые пробки изготовляют из коры пробкового дуба. Такие пробки наиболее распространены.

Прежде чем налить в сосуд какую-нибудь жидкость или наполнить его каким-нибудь другим веществом, нужно подобрать пробку, которая должна быть всегда немного больше диаметра горлышка сосуда и входить в него с тру-

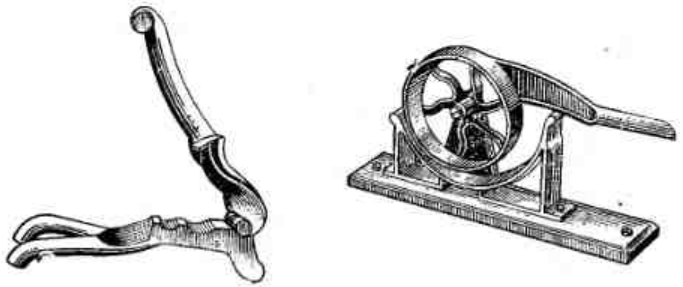


Рис. 173. Жомы для пробок.

дом. Такую пробку обжимают жомом (рис. 173), в результате чего она несколько уменьшается в диаметре, приобретает эластичность и более плотно закрывает сосуд.

После того как пробка подобрана и работающий убедится, что сосуд закрывается плотно, можно наливать или насыпать в него то или иное вещество. Этого правила следует придерживаться всегда. Если вначале налить или насыпать в сосуд какое-нибудь вещество, а потом подбирать пробку, то никогда нельзя быть уверенным, что взятое вещество при этом не будет загрязнено. Хорошо закры-

тый сосуд предохраняет взятое вещество от загрязнения и испарения (если оно жидкое или летучее).

Часто при монтаже тех или иных приборов требуется просверливать пробки, чтобы пропустить через них стеклянную трубку, термометр и т. п. Для сверления пробок применяют сверла. Они бывают ручные и механические.

Ручные сверла продаются в виде наборов (рис. 174) из 6, 12 и 18 штук; они представляют собой металлические трубки, один конец которых снабжен ручкой, а другой

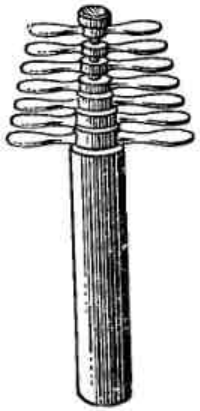


Рис. 174. Набор сверл для пробок.

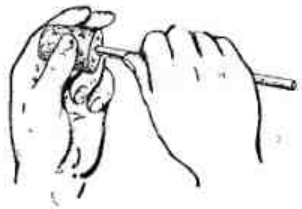


Рис. 175. Так следует вставлять трубку в пробку.

заточен. Эти трубки вставляются одна в другую, так что при большом количестве сверл всегда имеется постепенный переход диаметров. Сверлить пробку обязательно следует с ее нижнего узкого основания. Эта часть будет находиться внутри сосуда, а поэтому она должна быть ровной. Если начать сверлить с широкого основания пробки, то края отверстия на узком основании, из которого выйдет сверло, обычно получаются рваными; пробка в этом месте крошится, кусочки ее могут попасть в сосуд и загрязнить его содержимое. Если нужно сделать только одно отверстие, то его просверливают в самой середине пробки.

При сверлении пробку берут в левую руку, в правой руке должно находиться сверло. Легко нажимая на сверло и все время поворачивая его в пробке, следят, чтобы сверло было перпендикулярно к той поверхности, которую сверлят.

Диаметр вырезанного отверстия должен быть меньше диаметра вставляемых трубки или термометра. Если диаметр отверстия слишком мал, его можно увеличить круглым напильником.

Вставляя в пробку тонкостенную стеклянную трубку, легко сломать ее и порезать себе руки. Во избежание этого следует смочить трубку водой (или слегка смазать глицерином или вазелиновым маслом) и захватывать ее пальцами в непосредственной близости к поверхности пробки (рис. 175).

После того как пробка просверлена, сверло вынимают и находящуюся внутри него пробку выбивают или сверлом меньшего диаметра, или специальным стержнем, который имеется при каждом наборе сверл. Если выбитая из сверла пробка не повреждена, ее выбрасывать не следует; она может пригодиться в работе.

Другой способ сверления пробок заключается в том, что место для сверления намечают сразу с обоих концов. Затем сверлят вначале с одного конца до середины пробки, сверло вынимают и начинают сверлить с другого конца навстречу только что прорезанной части. Этот способ сверления корковых (и резиновых) пробок требует большого навыка, но предотвращает образование рваных краев отверстия.

При частом употреблении сверла тупятся. Тупое сверло рвет пробку, а не режет ее, и непригодно для работы. Чтобы наточить сверло, применяют специальные ножи (рис. 176). Сверло надевают на коническую часть, нож прижимают к сверлу, которое неподвижно зажимают в левой руке. Сверло точат, вращая нож правой рукой.

Если в лаборатории нет ножа для точки сверл, их можно точить при помощи обыкновенных ножниц; для этого сверла надевают на более тонкий нож их, а более толстым прижимают сверло. Поворачивая сверло в одну сторону, можно хорошо наточить его.

Сверла можно точить также напильником с мелкой насечкой или на бруске.

При небрежном обращении со сверлами на остром конце их нередко появляются зазубрины и вмятины. Такие сверла нужно вначале выправить, сгладить вмятины, сточить напильником или на бруске все зазубрины и снова наточить.

Одним из недостатков корковых пробок является малая стойкость их к кислотам и щелочам. Однако обработка корковых пробок специальным раствором делает их более стойкими. Обычно применяют раствор следующего состава (в частях):

Вода	100
Глицерин	50
Желатин	30

Вначале желатин полностью растворяют в воде, нагретой до 40—50° С, и добавляют глицерин. В этот раствор, нагретый до 40—50° С, кладут пробки (которые предварительно должны быть хорошо вымыты) на 15—20 *мин*. Затем пробки нужно снова хорошо обмыть, высушить и положить на 15—20 *мин* в расплавленную смесь следующего состава (в частях):

Парафин	42
Вазелин	12

Чтобы пробки покрывались смесью со всех сторон, их следует все время поворачивать стеклянной палочкой, затем пробки вынимают и высушивают. Такую обработку корковых пробок нужно проводить всегда, когда приходится закрывать ими бутыли со щелочами и кислотами. Для этих же целей пробки можно вываривать в парафине или смеси парафина с церезином (10 : 1).

Очень хорошие результаты дает обработка пробок полиэтилен-парафиновой массой. Ее приготовляют сплавлением (при 120° С) 1 части полиэтилена и 5 частей парафина (темп. пл. 50° С). Расплавленной массой покрывают поверхность пробки и последнюю сразу же вставляют в горло бутылки или другого сосуда для придания пробке нужного размера (подгонка). Так можно обработать неровно обрезанные пробки и сделать их пригодными для закрывания сосудов.

Полиэтилен-парафиновое покрытие хорошо противостоит действию кислот и щелочей, но оно непригодно, если в сосуде хранят органические растворители, которые могут растворить покрытие.

Часто тот или иной сосуд или банку нужно закрыть *герметично*. Для этого пробку и места соединения ее с горлышком сосуда заливают парафином; последний расплавляют в какой-нибудь металлической посуде и покрывают им всю поверхность пробки.

Расплавленный парафин удобно наносить на пробку и горлышко сосуда из нагретой пипетки каплями. Или же металлическую пластинку шириной 1—2 *см* нагревают предварительно на горелке и затем, держа ее в левой руке, правой рукой легко прижимают к ней кусок парафина. Последний тотчас же начинает плавиться, и капли его стекают по пластинке. Пластинку держат немного наклоненной, давая каплям стекать с угла. Пластинку периодически нужно подогревать.

Иногда для создания герметизирующего слоя закрытое пробкой горлышко сосуда погружают на 2—3 *сек* в расплавленный парафин. Быстро вынимают сосуд и также быстро перевертывают его. Таким путем удается получить довольно ровное покрытие герметизирующим слоем. Погружать горлышко сосуда в расплавленную массу следует так, чтобы оно было опущено не больше чем на 1 *см* от края.

Особенно нужно заботиться о том, чтобы место соприкосновения стекла и пробки было хорошо залито. Перед заливкой парафином полезно горлышко сосуда немного нагреть.

Кроме парафина, можно применять воск или церезин, но недостатком их является то, что они довольно трудно очищаются со стекла, в то время как парафин можно легко снять.

Для герметизации сосудов, закрытых корковыми пробками, применяют также нитро- или ацетилцеллюлозные лаки, а иногда менделеевскую замазку и сургуч, однако последние применяют редко и главным образом, когда вещество в банке или бутыли оставляют как образец, который не будет использован для работы.

Сосуды как с твердыми, так и с жидкими веществами можно закрывать корковыми пробками только в том случае, если эти вещества не действуют на пробку химически. Сосуды, содержащие концентрированные щелочи или кислоты, закрывать необработанными корковыми пробками нельзя, так как эти вещества разрушают пробку и загрязняются продуктами ее распада (появление желтой до коричневой окраски). Некоторые органические жидкости также действуют на корковую пробку, извлекая из нее окрашенные вещества.

Нагревать корковые пробки выше 150—175° С не рекомендуется; видимые изменения пробок начинаются с 250° С,

когда они начинают дымить. Продолжительное нагревание даже до 150° С приводит к пересыханию пробок и может вызвать частичный пиролиз, что необходимо учитывать при монтаже аппаратуры и приборов, так как герметичность соединения при этом может нарушиться.

Имеющиеся в продаже корковые пробки (ГОСТ 5541—50) бывают следующих размеров (диаметры верхнего и нижнего оснований, в *мм*):

9× 7	16×14
10× 8	18×16
12×10	20×18
14×12	22×20

Пробки более крупных размеров встречаются редко.



Рис. 176. Нож для точки сверл.

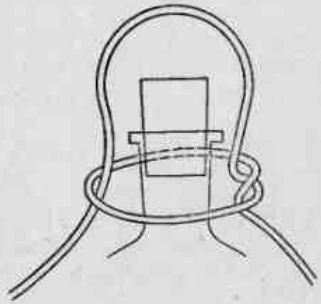


Рис. 177. Закрепление пробки на бутыли.

Пробки на бутыли при помощи тонкой веревки или шнура закрепляют так, как показано на рис. 177.

Резиновые пробки значительно дороже корковых, и их употребляют не так часто, как последние. Резиновые пробки дают возможность создать более полную герметизацию сосудов, но вместе с тем их можно применять, только когда вещество, находящееся в сосуде, не действует на резину. К веществам, действующим на резину, относится ряд органических растворителей — бензин, ацетон, хлороформ, сероуглерод, сольвент-нафта, бензол, хлорированные углеводороды, петролейный эфир, нитробензол. В некоторых из этих веществ резина набухает, другие же экстрагируют из нее примеси — смолы, серу и пр. Из неорганических веществ на резину действуют концентрированные кислоты, особенно серная и азотная.

Новые резиновые пробки обсыпаны сверху тальком или другими минеральными веществами. Поэтому прежде чем закрывать новой пробкой какой-либо сосуд, ее следует обмыть и вытереть*.

Так как пробка, закрывающая какой-либо сосуд, всегда загрязняется его содержимым, то нужно, чтобы каждый сосуд имел свою постоянную пробку. Это относится не только к резиновым, но и к корковым и стеклянным пробкам. При мытье посуды одновременно должна быть вымыта и пробка.

При монтаже разного рода приборов резиновые пробки употребляют очень часто. В таких случаях их обычно приходится просверливать. Начинать сверлить резиновую пробку нужно так же, как и корковую, с меньшего основания.

Сверлить резиновую пробку без смазки очень трудно. В качестве смазывающих веществ, облегчающих сверление, обычно употребляют концентрированную щелочь, вазелиновое масло или глицерин.

Применение щелочи неудобно тем, что она вредно действует на кожу рук.

Поворачивать сверло нужно с небольшим нажимом, все время наблюдая за положением сверла. Сверло должно быть перпендикулярным к основаниям пробки. Когда бóльшая часть пробки просверлена, ее ставят широким основанием на какую-нибудь дощечку (но не на стол или стул) и прорезают сильным нажимом при поворачивании сверла, следя за тем, чтобы оно не врезалось в дерево. После этого сверло вынимают и выбивают из него пробку.

Нужно взять за правило никогда не оставлять пробку в сверле.

Просверленную пробку обмывают водой, если смазкой служил раствор щелочи или глицерина, и просто обтирают, если смазкой было вазелиновое масло.

Более удобно сверлить резиновые пробки при помощи машинки для сверления пробок (рис. 178); пользуясь ею, можно получить очень точно и ровно просверленное отверстие, что не всегда удается при ручном сверлении.

Если резиновая пробка долго находится в работе или часто подвергается влиянию высоких температур, то она

* Пробку просто обмывают водой или же очищают при слабом нагревании на водяной бане в 2—3%-ном растворе любой щелочи.

растрескивается или затвердевает, делаясь непригодной к работе. Во избежание этого очень полезно пропитывать резиновые пробки парафином; для этого парафин нагревают до 100° С и кладут в него резиновую пробку на несколько секунд, самое большее на 1 *мин*. После этого пробку помещают в сушильный шкаф на проволочную сетку, на которую положен кусок картона или асбеста. Сушильный шкаф нагревают до 100—105° С, при этом парафин пропитывает резину. Обработанная таким путем пробка не будет

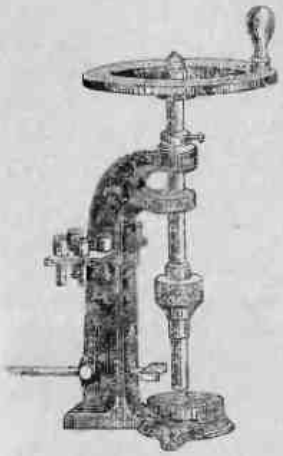


Рис. 178. Машинка для сверления пробок.

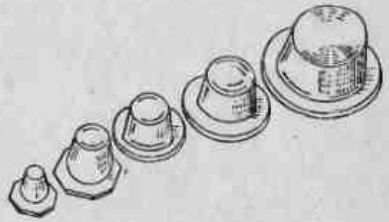


Рис. 179. Полиэтиленовые пробки.

затвердевать или растрескиваться. Таким же способом рекомендуется обрабатывать резиновые трубки, особенно для работы с такими сильно разрушающими веществами, как хлор. При пропитывании трубок нужно следить, чтобы парафин хорошо покрыл их внутреннюю поверхность.

Имеются следующие размеры резиновых пробок (ГОСТ 7852—55) (в *мм*):

8×11×16	27×31×32
12×15×20	29×34×35
14×17×20	36×41×42
16×19×22	38×43×44
18×21×23	45×51×52
22×26×27	

Резиновые пробки, как и другие изделия из резины (трубки, грушп и пр.), лучше всего сохраняются в атмо-

сфере аммиака. Для этого их помещают под стеклянный колпак соответствующего размера над чашей с концентрированным раствором аммиака.

Полиэтиленовые пробки. Эти пробки широко применяются в химических лабораториях. Они удобны для закрывания сосудов. Однако их нельзя использовать при монтаже аппаратуры (рис. 179). Полиэтиленовые пробки по сравнению со стеклянными имеют то преимущество, что при укупорке ими не происходит заедания. Полиэтиленовые пробки не рекомендуется нагревать выше 70° С, и необходимо избегать соприкосновения их со следующими веществами: галоидами, концентрированной серной, азотной, хлорной, хлорсульфоновой и хромовой кислотами, трехокисью хрома, озоном, перекисью водорода, нитрозными газами, четыреххлористым углеродом и сероводородом.

Кроме этих веществ, полиэтилен может соприкасаться со всеми другими реактивами, даже с 50%-ной серной и 30%-ной соляной кислотами.

Кроме полиэтилена очень удобные пробки изготовляют также из полипропилена. Следует отметить, что среди новых полимерных материалов можно найти немало таких, которые благодаря своей химической инертности, механической прочности и эластичности с успехом могут быть использованы как материалы для изготовления пробок, применяемых в химических лабораториях.

Стеклянные пробки отдельно не продаются; они всегда составляют часть какого-либо сосуда или прибора. Их применяют во всех случаях, когда нужна полная герметичность и когда вещество, находящееся в сосуде, может так или иначе действовать на корковую или резиновую пробку. Стеклянные пробки всегда должны быть хорошо пришлифованы к горлышку. Чтобы не путать пробки, на сосуде и пробке проставляют одинаковые номера.

Когда сосуд ничем не заполнен, между пробкой и горлышком нужно обязательно прокладывать кусочек чистой бумаги, чтобы пробку не «заело», а это происходит довольно часто. Чтобы открыть пробку, которую «заело», существует много различных способов. Приведем наиболее распространенные из них. По краю пробки вначале следует осторожно постучать снизу вверх небольшим деревянным молоточком, обшитым кожей, или же просто деревянной дощечкой. Постукивать нужно со всех сторон, но так,

чтобы не разбить сосуд или не отколоть выступающую часть пробки. Обычно уже таким способом удается открыть сосуд.

Если этот прием не помогает, следует осторожно прогреть горлышко сосуда так, чтобы не нагрелась пробка. Тогда горлышко несколько расширится и пробку можно будет вынуть.

Нагревать можно только на коптящем пламени горелки и только в том случае, когда вещество, находящееся в сосуде, *не огнеопасно*. Если же вещество огнеопасно, то горлышко сосуда обвязывают каким-нибудь волокнистым материалом и на него льют горячую воду.

Нагревать горло стеклянного сосуда можно также трением. Для этого горло склянки обвертывают тесьмой и быстро передвигают ее взад и вперед, предварительно прочно закрепив склянку на месте. В результате трения горлышко быстро нагревается и после 5—6 движений тесьмы можно попробовать открыть пробку. Вместо тесьмы можно пользоваться и толстой бечевкой, обвернув ею горло сосуда не менее чем в два витка. Описанный прием является очень удобным для открывания склянок с огнеопасными веществами или с такими, которые боятся влаги.

Независимо от способа, каким нагревают горло сосуда, успех достигается лишь в том случае, если нагревается только горло, а пробка останется холодной. Поэтому нагревание проводят возможно быстро и тотчас же стараются повернуть пробку вокруг ее оси. Если пробку удалось повернуть, вынуть ее из горла не представляет труда.

Иногда удается открыть пробку при помощи нескольких капель толуола. При проникновении толуола в шлиф матовая поверхность его начинает просветляться. Когда толуол смочит всю поверхность шлифа, пробку можно открыть. Такой способ особенно пригоден для открывания кранов и шлифов приборов, еще не бывших в употреблении.

Иногда, чтобы вынуть «заевшую» пробку, сосуд (например, делительную воронку) вместе с пробкой погружают в воду на несколько часов. После такой обработки пробки обычно вытаскивать довольно легко.

Извлечение заевших пробок можно проводить и при помощи несложного приспособления. Из дерева изготавливают клин с прорезью, ширина которого определяется размером заевшей пробки. Клин вставляют между высту-

пающей частью пробки и горлышком сосуда и легко ударяют по клину; таким способом удается приподнять пробку.

Заевшие стеклянные пробки можно извлекать также с помощью поверхностно-активных веществ, например 1—3%-ного раствора препаратов ОП (7 или 10), некаля БХ, порошка «Новость» и др. В место соединения пробки и горла склянки наносят несколько капель соответствующего раствора и оставляют на некоторое время, иногда пробуя повернуть пробку вокруг ее оси и одновременно как бы вывинчивая ее.

Особенно часто «заедает» пробки сосудов, в которых налита щелочь. Поэтому последнюю не рекомендуется держать в склянках с притертыми пробками. Часто случается, что такую склянку не удается открыть ни одним из указанных приемов.

Иногда пробки «заедает» в результате действия паров воды, щелочей и фосфорной кислоты. В таких случаях можно применять также керосин или раствор следующего состава (в частях):

Хлоральгидрат	10
Глицерин	5
Вода	5
Раствор соляной кислоты, 25%-ный	3

Если в лаборатории имеются стеклянные пробки от разбитых бутылей или склянок, их можно использовать для закрывания подходящей посуды. Если размеры горла закрываемого сосуда и стеклянной пробки очень близки, можно попробовать притереть их (см. гл. 25 «Элементарные сведения по обращению со стеклом»).

О пробках и обращении с ними нужно помнить следующее:

1. *При пользовании необходимо экономить как корковые*, так и *резиновые пробки*. Следует использовать старые вырезанные пробки.

2. *Прежде надо подобрать пробку к сосуду, а уже потом помещать в него вещества*. Пробки от разных сосудов *нельзя путать*; *у каждого сосуда должна быть своя пробка*, особенно это относится к стеклянным пробкам.

3. Если сосуд с притертой пробкой пуст, то обязательно *надо положить кусочек бумаги между горлышком и пробкой*.

4. Если корковой пробкой надо закрыть сосуд с кислотой или щелочью, то вначале пробку следует *обработать*.

5. *Хранить щелочи в сосудах с притертыми пробками нельзя*, так как в этом случае пробку неизбежно «заест».

6. *Сверла всегда должны быть острыми*. Сверление *надо начинать с меньшего основания пробки*.

7. Когда в просверленную пробку вставляют стеклянную трубку или термометр, их надо держать *как можно ближе к тому концу, который находится в пробке*.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О разъединении «заевших» стеклянных соединений см. Hilsdorf T. J., Chemist Analyst, **49**, № 2, 55 (1960); РЖХим, **1961**, № 7, 156 (54), реф. 7Е18.

О некоторых предложениях к конструкции универсальной пробки см. Дубынин Л. А., Химия в школе, № 2, 59 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 15А37.

Глава 4

НАГРЕВАНИЕ И ПРОКАЛИВАНИЕ

Одной из важнейших операций, проводимых в химических лабораториях, является нагревание и как один из видов его — прокаливание.

НАГРЕВАТЕЛЬНЫЕ ПРИБОРЫ

Нагревательные приборы, применяемые в лабораторной практике, разделяются на: а) электрические; б) газовые; в) жидкостные.

Наибольшее значение имеют электрические и газовые нагревательные приборы и меньшее — жидкостные. Последние применяют лишь в отдельных случаях, обычно когда отсутствуют подводки газа и электричества или при работе в полевых условиях.

Электронагревательные приборы

Электронагревательные приборы особенно ценны для тех лабораторий, в которых отсутствует газ, и в тех случаях, когда требуется нагревание, а пользоваться горелками нельзя (например, перегонка легколетучих и воспламеняющихся органических растворителей).

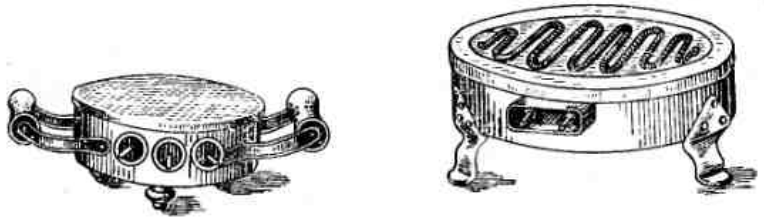
Включать лабораторные электронагревательные приборы можно через реостат и с его помощью регулировать температуру нагрева.

Часто электронагревательные приборы имеют по три контакта (штеккера). Это позволяет до известной степени регулировать обогрев и без реостата.

Из электронагревательных приборов наибольшим распространением пользуются плиты, печи, бани, сушильные шкафы и т. д.

Электрические плиты бывают различного размера, круглые или прямоугольные (рис. 180), с открытым и закрытым сопротивлением (спиралью).

Пластинка, закрывающая спираль плиты, может быть металлической, асбестовой или тальк-шамотной. Асбестовые и тальк-шамотные плиты очень удобны, так как сравнительно устойчивы к действию химических реагентов. Плиты с асбестовой нагревающей поверхностью обычно имеют бортики, так что из них можно делать песочные бани, насыпав на асбестовую поверхность песок.



а *б*

Рис. 180. Электрические плитки:
а — закрытого типа; *б* — с открытой спиралью.

Плиты с открытой спиралью применяют преимущественно в тех случаях, когда нет опасности попадания на нее нагреваемого вещества. Такие плиты удобны тем, что в случае перегорания их легко исправить.

Нужно помнить, что обычно плиты изготовляются на напряжение 127 или 220 *в* и пользоваться можно только теми, которые подходят к вольтажу имеющейся в лаборатории электрической сети.

Если у электронагревательного прибора три штеккера, то его включают в сеть при помощи специального электрошнура с вилкой и тремя гильзами. На одной из гильз имеется отметка «0» или черная полоса, или же гильза имеет отличающийся от остальных цвет, например коричневый. У такого прибора возможны три степени нагревания:

1. Для того чтобы получить минимальное нагревание, гильзу с отметкой ставят на средний штеккер, а одну из остальных — на левый штеккер.

2. Для достижения среднего нагревания гильзу с отметкой ставят на правый штеккер, а одну из остальных — на левый или средний штеккер.

3. Для достижения максимального нагревания гильзу с отметкой ставят на правый штеккер, а две другие — на остальные штеккеры.

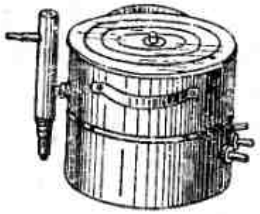


Рис. 181. Электрическая водяная баня с автоматическим питанием.



а



б

Рис. 182. Электрические водяные бани: а — № 1; б — № 2.

Водяные бани. Электрические водяные бани (рис. 181) по внешнему виду похожи на обычные, обогреваемые газом. Однако они встречаются и других форм. Бани эти очень удобны для работы с огнеопасными веществами. Включая их в сеть через реостат, можно регулировать температуру нагревания; бани могут быть оборудованы также терморегуляторами специального типа.



Рис. 183. Электрическая водяная баня с автоматическим регулированием температуры.

Если электрическая водяная баня не имеет автоматического питания водой, нужно внимательно следить за уровнем воды в ней; нагревание без воды может привести к порче бани.

Нашей промышленностью выпускаются водяные бани № 1 и № 2 (рис. 182).

На рис. 183 показана одногнездная водяная баня, снабженная приспособлением для автоматического регулирования температуры воды и поддержания ее на определенном уровне в пределах от 30 до 100° С. Приспособление для регулирования температуры состоит из контактного термометра, который можно настроить на любую температуру в указанных пределах. Этот термометр заключен в футляр, своей нижней частью проходящий через крышку бани и погруженный в воду, тут же находится и включающее реле. В такой водяной бане заданная температура поддерживается с точностью $\pm 2^{\circ}$ С.

Имеются бани, нагревание которых осуществляют путем пропускания электрического тока через воду. При пользовании такой баней можно не бояться порчи ее в результате испарения воды, так как при этом ток выключается автоматически. Эта водяная баня особенно удобна для выпаривания огнеопасных веществ.

Песочные бани. Электрические песочные бани (рис. 184), по форме напоминающие плитки с бортом, применяют для нагревания различных веществ до температуры, превышающей 100° С. Нагревающей средой служит мелкий просеянный и очищенный песок. Песок, лучше всего кварцевый, очищают прокаливанием в вытяжном шкафу. Сосуд с веществом, подлежащим нагреванию, ставят в песок так, чтобы он не касался дном керамики (см. стр. 211). Преимуществом электрических песочных бань является то, что они дают возможность получить относительно постоянную температуру нагревания. Недостатком же является невозможность получения высокой температуры (выше 400° С) и очень медленное разогревание песка.

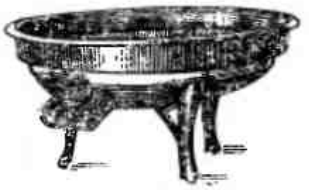


Рис. 184. Электрическая песочная баня.



Рис. 185. Электрическая воздушная баня.

Воздушные бани. Электрические воздушные бани (рис. 185) служат преимущественно для нагревания жидкостей, температура кипения которых выше 100° С. Нагревающей средой в данном случае является воздух. Максимальная температура, достигаемая при нагревании на таких банях, около 250° С.

Колбонагреватели. Для нагревания круглодонной стеклянной посуды в лабораториях применяют электрические

колбонагреватели (рис. 186), они выше обычных круглых плит и имеют конусообразное углубление в середине. По поверхности конуса расположена нагревательная спираль, обычно почти целиком погруженная в керамику.

Колбы с прямым электрообогревом (рис. 187). Нагревательный элемент у этих колб встроен прямо в дно и может присоединяться непосредственно к источнику тока. Такие колбы могут быть различной емкости.

Воронки для горячего фильтрования. Воронки (рис. 188) с электрическим обогревом очень удобны в тех случаях, когда приходится, например, иметь дело с огнеопасными растворителями.



Рис. 186. Электрический колбонагреватель.



Рис. 187. Колба с прямым электрообогревом.

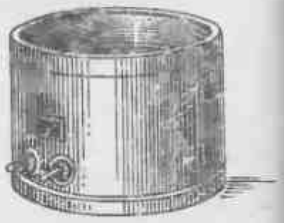


Рис. 188. Воронка с электрообогревом для горячего фильтрования.

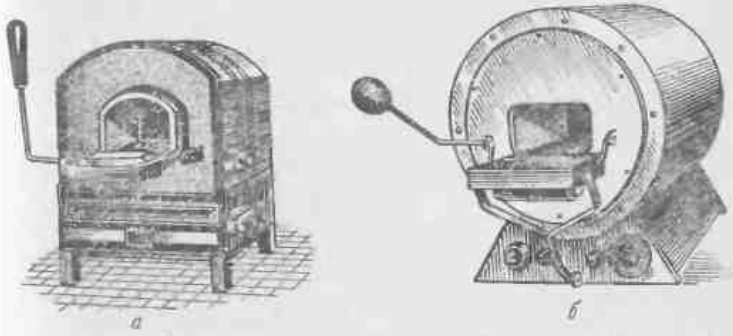
Муфельные печи. Электрические муфельные печи (рис. 189) применяют при прокаливании, плавке и в других случаях, когда необходим нагрев до высокой температуры.

Печь представляет собой муфель из шамота или другого огнеупорного материала с намотанной на нем нагревательной проволокой, помещенный в металлический корпус. Пространство между стенками корпуса и муфелем заполнено теплоизоляционным материалом. Печь закрывается керамической дверцей с окошечком (небольшим отверстием) для наблюдения. Под печи всегда горизонтальный. Внизу под муфелем в печь вмонтирован реостат. Ручка движка реостата выведена наружу. Печи более нового образца (рис. 189, *б*) имеют автоматический регулятор и сигнальные лампы; зеленая лампа — сигнализатор того,

что печь включена, а красная — сигнализатор перегрева печи выше допустимой температуры. При отсутствии регулятора к печи можно присоединить терморегулятор, например биметаллический.

В муфельных печах обычно можно достичь 1000—1200° С, а в муфельных печах специального назначения — и выше.

Муфельные печи имеют в задней стенке отверстие для введения термопары, что позволяет проверять температуру в любом месте муфельной печи.



а *б*

Рис. 189. Электрические муфельные печи.

Печь следует включать постепенно, медленно передвигая ручку реостата. Если печь включить сразу, ее обмотка может перегореть. Под печь нужно класть толстый лист асбеста, или асбоцементную плиту, или шамотные кирпичи.

Во время работы, когда муфельная печь загружена, дверка должна быть закрыта.

Муфельные печи очень удобны для прокаливания тиглей, в особенности платиновых.

Тигельные печи. Тигельные печи (рис. 190) являются разновидностью муфельных печей и отличаются от последних только формой и расположением керамического муфеля. В тигельных печах керамический муфель имеет форму тигля, помещенного в металлический корпус вертикально, отверстием вверх. Отверстие закрывается съемной керамической крышкой. Диаметр рабочего пространства печи

достигает 125 *мм*. В тигельной печи может быть достигнута та же температура, что и в муфельной печи.

О температуре в муфельной или тигельной печи можно судить (конечно, приближенно) по цвету нагретого муфеля (в ° С):

Начало красного каления	≈ 520
Темно-красное каление	≈ 700
Вишнево-красное каление	≈ 850
Ярко-красное каление	≈ 950
Желтое каление	≈1100
Ослепительно белое каление	≈1500

Шахтные печи. Шахтные печи отличаются от тигельных только своей формой и служат для тех же целей, что и тигельные.



Рис. 190. Электрическая тигельная печь.

На рис. 191 показаны схемы устройства шахтной, тигельной и муфельной печей.

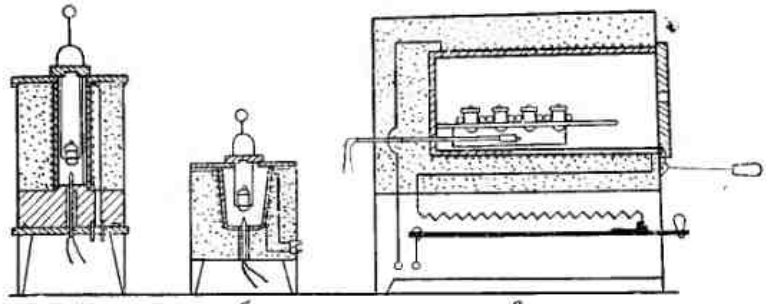
Трубчатые печи. Трубчатые печи (рис. 192) предназначены для обогрева реакционных трубок при некоторых испытаниях, например взрывчатых веществ, при некоторых органических синтезах и пр. Они бывают самой различной конструкции: горизонтальные, вертикальные и наклонные. Есть печи, которые можно поворачивать и устанавливать под определенным углом.

Трубчатая печь (рис. 192, *а*) представляет собой керамическую трубу (диаметром 15—80 *мм*), на которую намотана спираль накала, заключенную в другую керамическую трубу. Между этой трубой и металлическим кожухом находится термоизоляционный материал. Обычно трубчатые печи снабжены терморегулятором. В трубчатой печи может быть достигнута температура 1000—1200° С, а иногда и выше.

Кроме того, имеются трубчатые печи разъемные, состоящие из двух складывающихся половинок, или двухстворчатые (см. рис. 192, *б*). Они очень удобны для многих как исследовательских, так и аналитических работ и могут быть различных размеров.

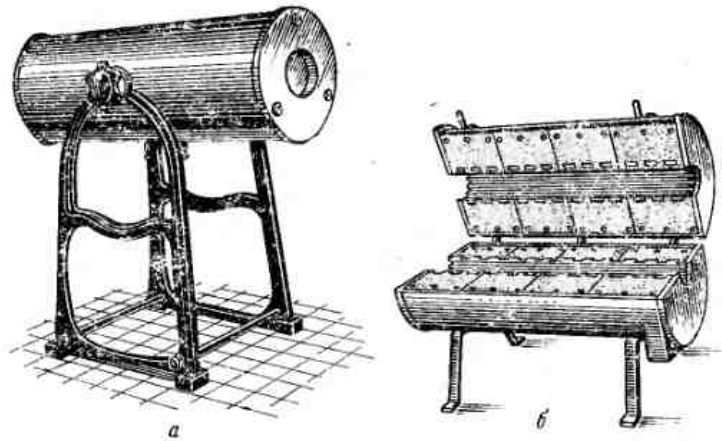
На рис. 193 показана современная трубчатая печь, применяемая при макроэлементарном анализе органических соединений.

Нагревание электролампами. Когда требуется осторожное и не очень сильное нагревание, можно применять электрические лампы. Обогрев лампами безопасен, поэтому



а *б* *в*

Рис. 191. Сравнительные схемы устройства электрических печей:
а — шахтная; *б* — тигельная; *в* — муфельная.



а *б*

Рис. 192. Трубчатая печь:
а — обычная; *б* — разъемная.

его можно применять даже при работе с огнеопасными веществами.

Прибор для нагревания можно сделать из глиняного или жестяного конического сосуда, в котором укрепляют электрическую лампу (рис. 194).

Инфракрасные излучатели. В лабораторной практике применяют инфракрасные излучатели, используемые

в основном для высушивания твердых веществ, испарения жидкостей и нагревания. Применение таких инфракрасных излучателей особенно удобно при работе с огнеопасными веществами.

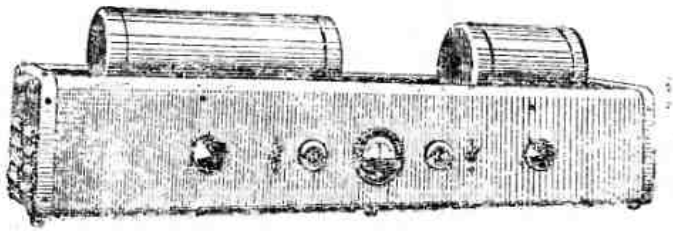


Рис. 193. Трубчатая печь для макроанализа.

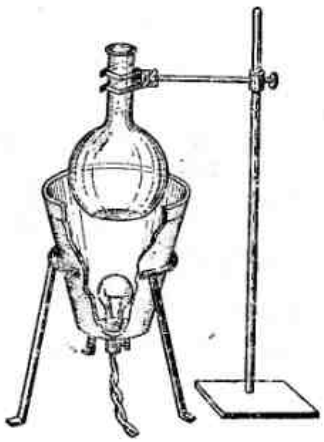


Рис. 194. Прибор для нагревания электролампой.

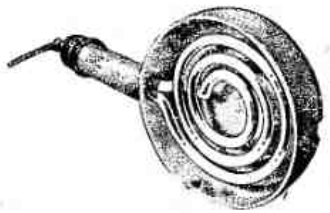


Рис. 195. Инфракрасный излучатель.

Степень нагревания регулируют расстоянием обогреваемого предмета или прибора от излучателя. Для нагревания используются излучатели (рис. 195) мощностью 250—500 *вт*.

Поверхностные инфракрасные испарители из непрозрачного кварца (рис. 196) обладают тем преимуществом,

что бо́льшая часть их теплового излучения проникает в жидкость только на небольшую глубину. При этом происходит интенсивное испарение, тогда как остальная часть жидкости и внутренняя часть сосуда остаются холодными. Для упаривания жидкости целесообразно использовать сосуды с большой поверхностью. Скорость выпаривания регулируют изменением расстояния между испарителем и поверхностью жидкости. При таком способе упаривания не происходит бурного кипения и разбрызгивания жидкости.



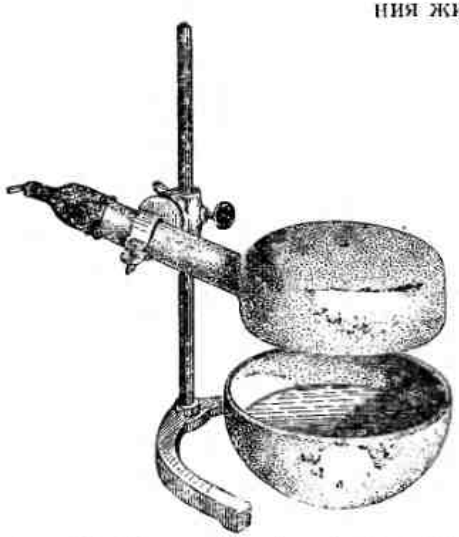


Рис. 196. Поверхностный инфракрасный испаритель.

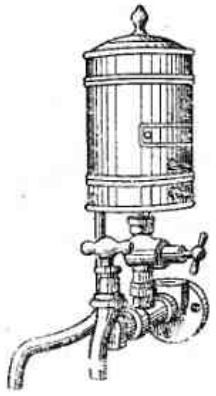


Рис. 197. Электрический настенный водонагреватель.

Диаметр инфракрасных испарителей — от 80 до 300 *мм*, мощность — от 200 до 1500 *вт*.

Настенные электрические водонагреватели. Настенный водонагреватель (рис. 197) служит для быстрого получения горячей воды, его обычно укрепляют около водопроводной раковины. Водонагреватель включают в сеть так же, как и всякий электрический нагревательный прибор.

Температуру воды регулируют скоростью протекания ее через нагревательные трубки прибора.

Плазменные горелки. В современных условиях сверхвысокие температуры бывают необходимы при многих исследованиях. Для достижения температур порядка 20000 °К применяют так называемые плазменные горелки.

Плазма является одним из состояний газа при очень высокой температуре. Плазменные горелки бывают двух видов: с питанием от электрической дуги и от высокочастотного генератора индуктивным путем. Последний тип плазменной горелки является наиболее удобным, так как исключает загрязнение нагреваемого вещества от электродов.

При работе с электрическими приборами нужно помнить следующее:

1. Включать прибор можно только в ту сеть, вольтаж которой соответствует вольтажу прибора.
2. Не греть приборы без надобности.
3. Не обливать приборы *кислотами* или растворами *солей*, *щелочей* и т. д.
4. *Ставить электронагревательные приборы не на деревянную поверхность стола, а только на теплоизоляционный слой* (асбест, шамот и др.).
5. Следить за чистотой приборов; перед включением печей убедиться — нет ли внутри них посторонних предметов.
6. Включать печи можно, только когда ручка реостата находится в *нулевом* положении.
7. *Ручку реостата нужно передвигать не сразу после включения в сеть*, а через некоторое время, когда печь немного обогреется, причем *увеличивать накал* нужно также *постепенно*.

Газовые нагревательные приборы

Газовые горелки (рис. 198) пользуются наибольшим распространением в лабораториях. Они бывают двух основных типов: Бунзена и Теклю; последние более удобны в обращении. Часто применяют также горелки Меккера.

Газовые горелки дают как коптящее, светящееся пламя («холодное»), так и несветящееся («горячее»). Газ подводится через нижний боковой отвод и поступает в горелку после того, как открыт газовый кран. У горелок Бунзена внизу, несколько выше бокового отвода, имеются два

отверстия для поступления воздуха. При свободном доступе воздуха получается прозрачное, слегка голубоватое несветящееся пламя, а при малом — коптящее.

Горелки Бунзена бывают двух типов: без регулятора притока воздуха и с регулятором. Горелки Бунзена второго типа имеют регулировочную гильзу. Поворачивая ее, можно или совсем закрыть отверстие для доступа воздуха и получить коптящее пламя, или же открыть его и получить несветящееся пламя с внутренним конусом различной величины. От величины этого конуса зависит температура самого пламени.

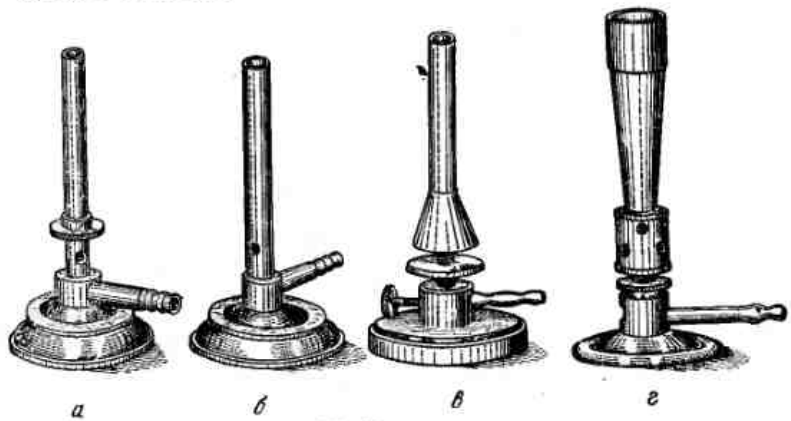


Рис. 198. Газовые горелки:
а — Бунзена с регулированием подачи воздуха; *б* — Бунзена без регулирования подачи воздуха; *в* — Теклю; *г* — Меккера.

Строение газового пламени показано на рис. 199.

В горелках Теклю (рис. 200) подачу воздуха регулируют при помощи диска, закрывающего в исходном положении нижнюю расширенную часть трубки горелки; при этом воздух в горелку не поступает и получается коптящее пламя. Отвертывая диск, дают доступ воздуху, получая несветящееся пламя. Горелки Теклю, кроме того, снабжены также регулировочным винтом для подачи газа. Открывая этот винт, можно по желанию регулировать большую или меньшую подачу газа.

Конструкции горелок Теклю и Бунзена приспособлены для сжигания газа, получаемого на газовых заводах при сухой перегонке каменного угля. Такой газ обладает меньшей калорийностью, чем природный.

В настоящее время в СССР почти все лаборатории перешли на использование природного газа и газовые горелки старой конструкции оказались менее эффективными, так как в них не происходит полное сгорание газа. Некоторое изменение* конструкции горелки Теклю позволяет достичь полного сгорания природного газа и получить более горячее пламя. Переделать горелку можно следующим

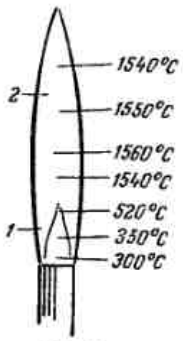


Рис. 199. Строение газового пламени: *1* — зона восстановления; *2* — зона окисления.

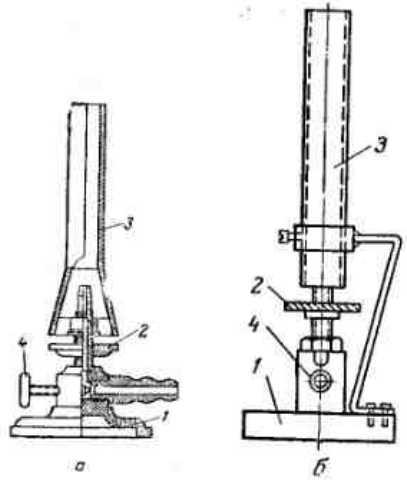


Рис. 200. Горелка Теклю (разрез): *а* — обычная; *б* — усовершенствованная; *1* — подставка; *2* — диск, регулирующий подачу воздуха; *3* — трубка; *4* — винт, регулирующий подачу газа.

образом: отвинтить трубку горелки и вместо нее с помощью кронштейна установить другую — металлическую, стеклянную или керамическую (например, фарфоровую) диаметром 19—20 *мм* и длиной 140 *мм* (рис. 200, *б*).

Горелки следует содержать в порядке. В особенности нужно следить за тем, чтобы внутрь них ничего не попадало; поэтому рекомендуется время от времени проверять горелки, разбирать их и прочищать.

При зажигании горелки сначала закрывают доступ воздуха, проводят регулировочную гильзу у горелки Бунзена и диск у горелки Теклю в соответствующее положение. У горелок Теклю кроме того, должен быть открыт регулятор для газа (достаточно два оборота винта от исходного положения). После этого открывают газовый кран, зажигают горелку и регулируют поступление воздуха (если хотят получить несветящееся «горячее» пламя).

* Подробное описание и рабочие чертежи переделанной горелки помещены в журнале «Химия и жизнь», **4**, № 1, 92 (1968).

При несоблюдении этого порядка возможен «проскок» пламени, в особенности у горелок Бунзена. «Проскочившее» пламя имеет особый вид и форму; если горелка медная, то оно окрашивается в зеленоватый цвет; при этом характерный шум газовой горелки сменяется как бы свистом. В таких случаях *немедленно закрывают* газовый кран, и только после того, как горелка достаточно *остынет*, зажигают ее вновь, соблюдая приведенное выше правило.

Особенно часто пламя проскакивает, когда подача газа уменьшается в результате понижения давления в сети. Во избежание проскока в этом случае нужно уменьшить подачу воздуха.

Если вовремя заметить проскок пламени, то часто удается устранить его и получить нормальное пламя, не выключая горелки. Для этого ребром ладони коротко ударяют по резиновой трубке, подводящей газ. Но это можно делать только, когда горелка еще не накалилась.

Для предотвращения проскока пламени на горелку полезно надеть колпачок из медной сетки.

Каждую новую горелку нужно проверить, особенно те места ее, где возможно пропускание газа. Для этого присоединяют горелку к газовому крану, зажигают ее и проверяют, как работает винт, регулирующий подачу газа, легко ли он вращается, не шатается ли и как увеличивает или уменьшает пламя горелки. Хорошо работающим винтом можно даже прекратить подачу газа. Одновременно проверяют, как работает диск или регулировочная гильза, легко ли и полностью ли прекращается доступ воздуха. Затем проверяют, не выделяется ли газ около регулировочного винта, особенно когда он шатается, для чего к нему подносят горящую спичку. Если газ выделяется в этом месте, происходит маленькая вспышка газа или появляется маленькое пламя. Такую горелку без ремонта применять для работы нельзя, так как в рабочее помещение будет просачиваться светильный газ, скопление которого может вызвать отравление присутствующих и представляет большую опасность в пожарном отношении.

Если около горящей горелки чувствуется запах газа, нужно тотчас же проверить, правильно ли работает горелка и нет ли утечки газа из нее; исправна ли резиновая трубка, соединяющая горелку с газовым краном, и не проходит ли газ через какие-либо повреждения ее (трещины, разрывы и пр.), что можно установить, погрузив неглубоко резиновую трубку в воду в то время, когда горелка горит; нет ли утечки газа из газового крана, что будет заметно, если кран смочить мыльной водой. Если кран пропускает газ, образуются пузыри; утечку газа через кран можно также установить, поднося зажженную спичку к закрытому газовому крану: в месте утечки газ загорается.

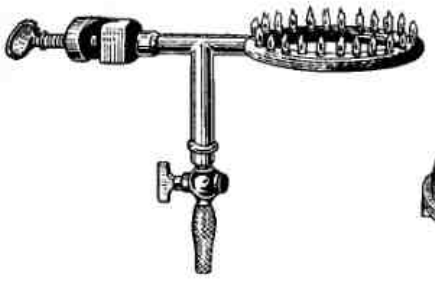


Рис. 201. Кольцевая газовая горелка.



Рис. 202. Газовая плита настольная.

В случае обнаружения неисправности резиновой трубки горелку гасят, трубку меняют или вырезают поврежденный кусок ее и соединяют концы резиновой трубки при помощи стеклянной подходящего размера. Если резиновая трубка порвалась у крана или около горелки, порвавшийся кусок отрезают.

Если обнаружена неисправность газового крана, для ремонта нужно немедленно вызвать мастера-специалиста.

Когда требуется легкий обогрев колб или других сосудов, удобно применять кольцевую газовую горелку (рис. 201). Она снабжена муфтой, с помощью которой укрепляется на штативе. Наличие муфты позволяет перемещать горелку вверх и вниз, регулируя этим степень обогрева. Величину пламени регулируют краном, имеющимся у горелки около соединения ее с резиновой трубкой.

Газовые лабораторные плиты. Для нагревания больших сосудов с жидкостями, прокаливания больших количеств солей в сковородах и тому подобных целей обычно употребляют газовые плиты двух типов: настольные (рис. 202) и бытовые (рис. 203).

При зажигании газовых плит подносят горящую спичку к конфорке и немного открывают кран. Когда газ загорится, кран можно полностью открыть.

Для некоторых целей применяют групповые (по 2, 3, 4, 5 и больше) газовые горелки, при зажигании их придерживаются указанных выше правил.



Рис. 203. Газовая плита бытовая.

Расход газа составляет (в *л/ч*):

На горелку Бунзена	160—175
На горелку Теклю	200—210
На газовую плиту	400—500

Давление газа в сети должно быть порядка 20—100 *мм вод. ст.*

Водонагреватели (рис. 204). Один из наиболее простых типов водонагревателей с газовым обогревом показан на рис. 204, *а*. Вода из водопроводной сети поступает через верхнюю подводящую трубку, проходит по спирали, под которой помещается газовая горелка в виде трубы со многими отверстиями, и выходит нагретой через отводную трубку. При пользовании аппаратом вначале пускают небольшую струю воды, затем зажигают газ. Регулируя пламя горелки и силу тока воды, можно нагреть ее до кипения. Когда надобность в горячей воде минует, закрывают газ, а затем воду.

Более совершенный водонагревательный прибор, обогреваемый газом, показан на рис. 204, *б*. Правила работы с ним те же, что и с другими нагревателями. Большим пре-

имуществом этого прибора является то, что величина пламени регулируется автоматически. В начале работы, когда требуется быстро разогреть прибор, горелка дает большое пламя; когда же прибор разогреется, приток газа уменьшается, давая пламя, необходимое только для нагревания воды. Регулируя силу струи, можно получить воду различной температуры. За прибором нужно следить и время от

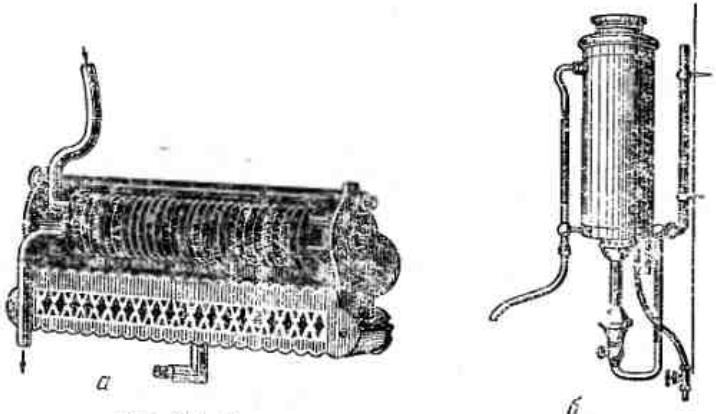


Рис. 204. Газовые стенные водонагреватели.

времени очищать спиральную трубку от грязи и копоти. При хорошем уходе и правильном пользовании аппарат работает безотказно очень долго.

Жидкостные горелки

Спиртовые горелки бывают самых разнообразных систем. Наиболее часто встречаются стеклянные спиртовые горелки (рис. 205). Этот тип горелок сильного пламени не дает.

Другой, довольно распространенный тип — металлические спиртовые горелки (рис. 206); металлические горелки бывают с вынесенным резервуаром (рис. 206, *а*) и с резервуаром, помещенным в нижней части горелки (рис. 206, *б*).

В стеклянной горелке спирт подается фитилем из ваты, в металлических же спиртовых горелках — по трубке в нижний боковой отвод, внутри которого заложено несколько медных проволочек. Отсюда спирт поступает в нижнюю часть горелки, наполненную также медной проволокой, но уже меньшего диаметра. По этому пучку проволоки, представляющему собой как бы пучок капилляров, спирт поступает к выходному отверстию, расположенному около регулировочного винта.

При зажигании горелки в находящийся в нижней части ее кольцеобразный желоб наливают немного спирта и зажигают его. Когда горелка прогреется, открывают кран баллона со спиртом. Винтом сбоку горелки регулируют пламя, воздух поступает из двух боковых отверстий. Эта горелка дает довольно высокую температуру.



Рис. 205. Спиртовые горелки (стеклянные).

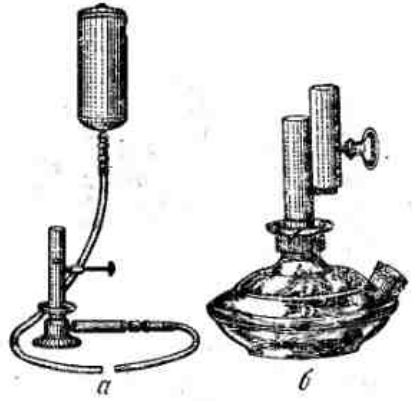


Рис. 206. Спиртовые горелки (металлические).

Бензиновые и керосиновые горелки. Спиртовые горелки не дают пламени с очень высокой температурой. Поэтому в лабораториях, где нет проводки газа или карбюрационной установки, бо́льшим распространением пользуются бензиновые или керосиновые горелки. Они бывают разнообразных типов, но обращение с ними всегда более или менее одинаковое. Все горелки (рис. 207) имеют кольцеобразные желобки для спирта или бензина около тех мест, которые должны сначала прогреваться. Когда горелка достаточно прогреется, накачивают воздух, который подает бензин или керосин. Иногда в лабораториях применяют паяльные бензиновые горелки.

Когда нужно погасить горелку, следует открыть клапан и выпустить воздух из баллона или же закрыть винт, дающий выход парам бензина или керосина, а затем выпустить воздух из резервуара.

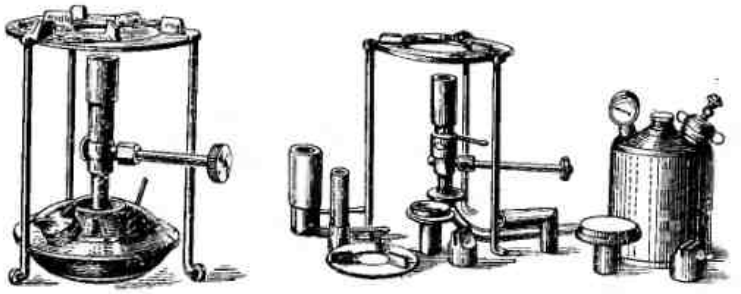


Рис. 207. Бензиновые горелки.

Другие средства нагревания

В некоторых лабораториях отсутствует подводка светильного газа. В таких случаях пользуются так называемыми карбюраторами — аппаратами, производящими карбюрированный газ, т. е. воздух, насыщенный парами углеводородов, чаще всего бензина. Карбюраторы устанавливают в отдельном, связанном с лабораторией помещении. Однако значительно проще и удобнее пользоваться сжатым газом, который применяется в качестве горючего, например для автомобилей, а также в быту.

Баллон сжатого газа лучше всего установить, как и карбюратор, в отдельном пристроенном к лаборатории каменном помещении и от него сделать разводку к лабораторным столам, вытяжным шкафам и пр. Применение газовых баллонов с горючим газом особенно удобно для небольших лабораторий. По мере израсходования газа баллон заменяют новым. Поэтому, чтобы обеспечить бесперебойную работу лаборатории, нужно иметь двойное от необходимого количество баллонов с горючим газом, чтобы можно было быстро заменить опустевший баллон новым.

В полевых условиях можно пользоваться другими средствами нагревания. Из них важнейшими и наиболее удобными являются: сухой спирт, твердый бензин, сжатый пропан в баллонах или уротропин (таблетки его известны в продаже под названием «Гекса»).

При использовании твердого горючего для нагревания в химической посуде следует применять подставки типа укороченных треног. Твердое горючее кладут на кирпич, какой-либо камень или на металлическую подставку, но только не на дерево и не на другой горючий материал.

Твердое горючее зажигают спичкой, оно выгорает почти без остатка и легко гасится просто задуванием или накрыванием какой-нибудь металлической крышкой.

Для кратковременного нагревания, в течение нескольких минут, пригодны таблетки уротропина. Каждая такая таблетка горит около трех минут.

НАГРЕВАНИЕ

Нагревание можно проводить: непосредственно голым пламенем; через асбестированную сетку; на бане; электронагревательными приборами.

Голым пламенем пользуются большей частью при *прокаливании* шамотных, фарфоровых, платиновых, никелевых, железных и других металлических тиглей и кварцевой посуды.

Нагревать голым пламенем химическую посуду, например колбы, стаканы и т. д., не рекомендуется, так как посуда при этом может лопнуть.

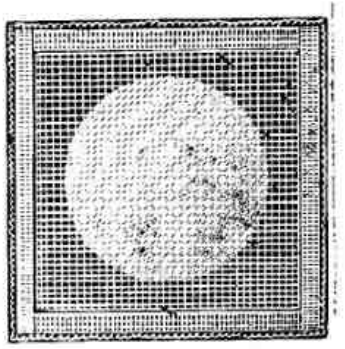


Рис. 208. Асбестированная сетка.

При нагревании химической посуды в большинстве случаев пользуются асбестированными сетками (рис. 208) или куском листового асбеста. Сетку кладут на треногу или на кольцо штатива, на нее ставят сосуд и снизу подставляют горелку. Пламя горелки не касается непосредственно сосуда, и нагревание идет через асбест, чем достигается бо́льшая равномерность обогрева.

Однако на сетке довольно трудно вести нагревание при какой-либо определенной температуре. Для этого применяют разного рода бани, из них наиболее употребительными являются: водяные, паровые, солевые, воздушные, песочные, масляные, глицериновые, парафиновые, трикрезилфосфатные, из легкоплавких металлов и сплавов.

Водяные бани (рис. 209). Водяные бани применяют только в тех случаях, когда требуется нагревание не выше 100° С. Бани закрываются сверху рядом концентрических, налегающих одно на другое колец.

Кроме одногнездных водяных бань, в лабораториях применяют также и многогнездные, одна из которых показана на рис. 210.

Нагревание на водяной бане можно проводить двумя способами: обогреваемую посуду погружают в кипящую воду, в этом случае температура нагрева достигает 100° С; обогреваемая посуда не касается воды и нагревается только водяным паром,— температура нагрева на несколько градусов ниже 100° С.

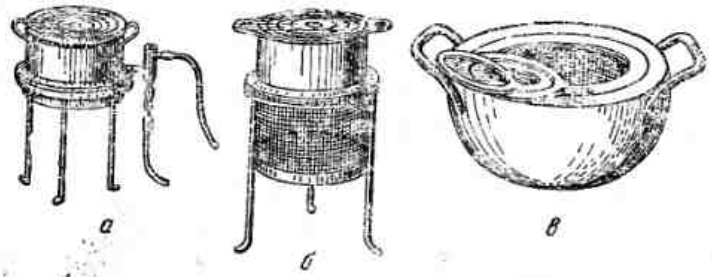


Рис. 209. Водяные бани:

а — с постоянным уровнем воды (автоматическое питание); *б* — цилиндрическая, простая (тренога снабжена предохранительной сеткой); *в* — простая, круглодонная.

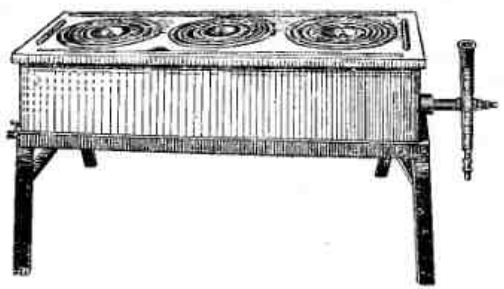


Рис. 210. Трехгнездная водяная баня с газовым обогревом.

В баню наливают воду так, чтобы до краев оставалось 2—3 *см*. Нагреваемый сосуд помещают на кольцо такого диаметра, чтобы своей нижней частью он находился на 1,5—2 *см* внутри бани.

Если нагревают стакан, то его надо ставить так, чтобы он не проваливался, т. е. внутренний диаметр кольца должен быть меньше диаметра дна стакана.

Воду в бане нагревают до кипения и поддерживают в таком состоянии во все время нагревания.

При работе с водяной баней нужно заботиться о том, чтобы в ней всегда была вода. Часто случается, что по недосмотру работающего вся вода из бани выкипит, в результате чего могут произойти неприятные последствия (порча бани, порча нагреваемого вещества). Поэтому в лабораторной практике лучше всего пользоваться банями с автоматическим питанием водой (рис. 209, *а*). В нижней части такой бани имеется отросток, к которому присоединено сифонное устройство для автоматического под-

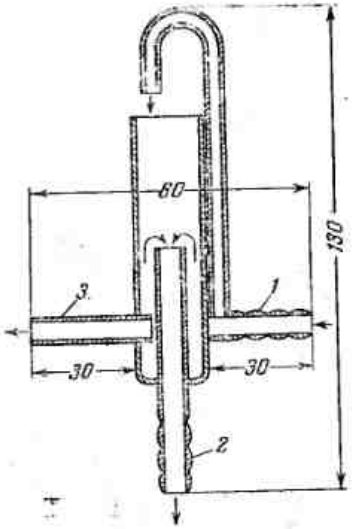


Рис. 211. Схема сифона для поддержания постоянного уровня воды:

1 — трубка, присоединяемая к водопроводному крану; *2* — сливная трубка для удаления избытка воды; *3* — трубка, соединяющая сифонное устройство с водяной баней.

держания уровня воды. Сифонные устройства бывают различной конструкции. Одна из конструкций сифонного устройства для автоматического питания бани водой показана на рис. 211. Вода в баню поступает через трубку *1*, соединенную с источником воды (водопроводный кран, бутыль с водой). Излишки воды вытекают через сливной патрубок 2, на который надевают резиновую трубку, отведенную в раковину. Ток воды через трубку *1* устанавливают очень медленный.

Можно также устроить автоматическое питание бани водой по схеме, изображенной на рис. 212. Баня *5* соединяется через сифонное устройство *4* резиновой трубкой с сосудом *3*. Вода в этом сосуде должна находиться на одном уровне с водой в бане. Этот сосуд при помощи коленчатой

трубки *2* соединен с сосудом *1*. Трубка *2* опущена в сосуд *3* на 1—1,5 *см*. Когда уровень воды в бане *5* и в сосуде *3* понизится так, что конец трубки *2* будет находиться над уровнем жидкости, из сосуда *1* выльется такое количество воды, которое снова создаст прежний уровень.

Еще менее сложное приспособление для автоматического питания водой приведено на рис. 213; оно состоит из колбы или бутыли *1* емкостью в несколько литров, укреп-

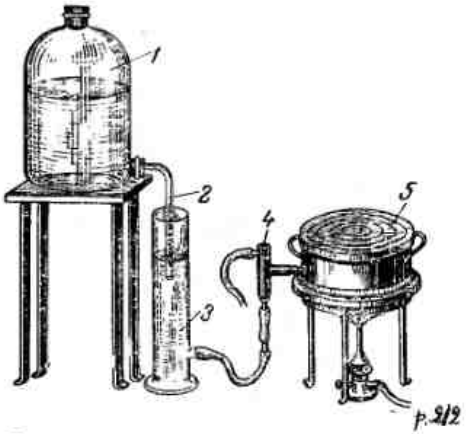


Рис. 212. Схема автоматического питания водой водяной бани:

1 — сосуд с водой; *2* — соединительная коленчатая трубка; *3* — цилиндрический сосуд, вода в котором находится на одном уровне с водой в водяной бане; *4* — сифонное устройство; *5* — водяная баня.

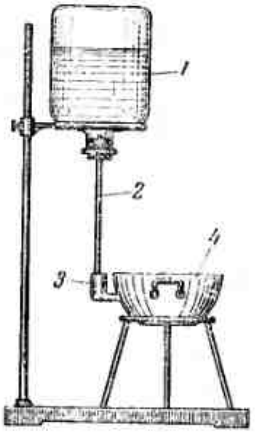


Рис. 213. Упрощенная схема автоматического питания водой водяной бани:

1 — бутыль с водой; *2* — уравнительная трубка; *3* — патрубок; *4* — водяная баня.

ленной в штативе горлышком вниз. Через пробку проходит уравнительная трубка *2*, нижний конец которой опущен в патрубок *3* так, чтобы он был в воде не более чем на 1 *см*. По мере убывания воды в бане *4* нижний конец уравнительной трубки *2* окажется над уровнем жидкости, в результате чего из бутыли *1* выльется такое количество воды, что в патрубке *3* установится начальный уровень жидкости.

Для обогревания небольших пробирок в качестве водяной бани рекомендуется использовать химические стаканы небольшой емкости. Предложено много способов крепления пробирок в подобных случаях.

Удобно применять приспособление (рис. 214), которое легко может изготовить каждый работающий в лаборатории. В центре корковой пробки подходящего размера (по стакану) укрепляют держалку из проволоки. В пробке просверливают 3—4 или больше отверстий, диаметр которых на 1 *мм* больше диаметра пробирок. Пробирку с веществом, подлежащим обогреву, вставляют в отверстие пробки и помещают последнюю в стакан с горячей водой.

Если в лаборатории имеется подводка пара, то им очень удобно пользоваться для обогрева водяных бань, особенно групповых, имеющих много гнезд. Приспособить водяную

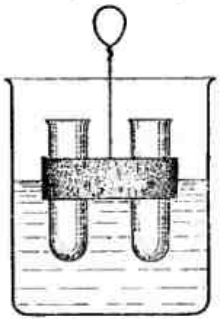


Рис. 214. Приспособление для нагревания пробирок.

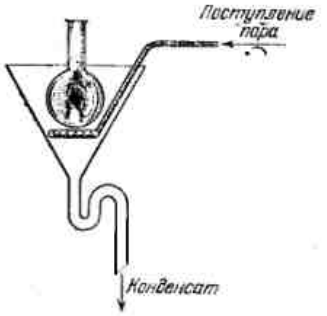


Рис. 215. Паровая баня.

баню для обогрева паром может любая механическая мастерская. Устройство водяной бани с паровым обогревом напоминает паровую баню (см. ниже).

Если приходится нагревать *огнеопасные* вещества (эфир, спирт, ацетон, бензол и др.), то в этих случаях *вначале нагревают баню, затем горелку гасят* и нагреваемый сосуд с огнеопасным веществом погружают в воду. При выпаривании эфира воду нужно нагревать не выше 60—70° С и сосуд с эфиром погружать так, чтобы уровень эфира в сосуде был на одном уровне с водой в бане. Этого же правила нужно придерживаться при нагревании и других огнеопасных веществ.

Паровые бани. Для нагревания при температурах около 100° С иногда применяют паровые бани. Обычно паровая баня (рис. 215) представляет собой воронкообразный сосуд, снабженный трубкой для подводки водяного пара и коленом для стока конденсата; это колено одновременно является гидравлическим затвором, препятствующим выходу пара.

Под колено паровой бани нужно ставить какую-нибудь посуду, в которую будет стекать конденсат. Перед пуском пара рекомендуется в колено налить воды.

Колбу, которая должна обогреваться паром, укрепляют на паровой бане таким образом, чтобы из нее выглядывало только горлышко сосуда. Паровую баню закрывают круглым куском жести с круглым вырезом в центре и разрезом по радиусу, позволяющим надевать эту крышку на горло колбы. Работающую баню помещают в вытяжной шкаф. Пар для обогрева можно или брать из общего паро-



Рис. 216. Электрическая паровая баня.



Рис. 217. Воронка Бабо для воздушной бани.

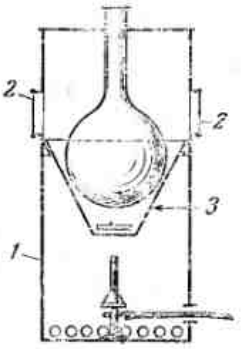


Рис. 218. Схема воздушной бани с воронкой Бабо:

1 — металлический цилиндр; *2* — слюдяные окна; *3* — воронка Бабо.

провода, если он имеется в лаборатории, или же получать его в паровичке (см. стр. 505).

Очень удобны электрические паровые бани. Одна из них, трехгнездная, показана на рис. 216.

Солевые бани. Для нагревания до температуры выше 100° С можно пользоваться солевыми банями, в которых теплоносителями служат растворы солей. Как известно, температура кипения растворов солей зависит от их концентрации. Это дает возможность пользоваться различными степенями нагревания, применяя растворы солей различной концентрации.

Солевой раствор можно поместить в обычную водяную баню, при необходимости ее оборудуют приспособлениями

для поддержания постоянного уровня жидкости и постоянной температуры.

Воздушные бани. В качестве воздушных бань обычно используют так называемые воронки Бабо (рис. 217). Эти воронки сделаны из черной жести и не имеют трубки. На некотором расстоянии от нижнего отверстия и от стенок воронки находится железный кружок, на который наложен слой асбеста. Внутри воронки на стенках по образующим проложено несколько (в зависимости от размера воронки) ребер из асбеста. По верхнему широкому краю имеется ряд отверстий. Воронку укрепляют на треноге или кольце. Если в нее поместить какой-либо сосуд, например колбу, то стенки его не будут касаться воронки. Подставляя снизу горелку, нагревают нижний кружок, не соприкасающийся с сосудом. Нагретый воздух поступает в воронку через отверстия между кружком и стенкой воронки.

Иногда воронку Бабо предварительно помещают в металлический цилиндр такого диаметра, чтобы воронка держалась в нем (рис. 218). В стенке около дна металлического цилиндра делают отверстия, а сверху, на уровне воронки Бабо, вставляют слюдяные окошечки для наблюдений. Под воронку ставят горелку.

Когда в лаборатории нет воронки Бабо, вместо нее можно использовать любую металлическую банку. Для этой цели дно ее пробивают снизу в нескольких местах, ближе к стенке; из асбеста вырезают кружок (диаметром на $^1/_3$ меньше диаметра дна), который, предварительно намочив, кладут на дно. Из толстой (1 *мм*) проволоки выгибают две-три дужки, которые обвертывают асбестом. Дужки на концах загибают и укрепляют их на краях банки (рис. 219).

Воздушную баню нагревают так же, как и воронки Бабо.

При аналитических работах иногда необходимо провести осторожное выпаривание, например серной кислоты, но так, чтобы она не кипела и не разбрызгивалась. Для этой цели удобно простое приспособление (рис. 220), являющееся одной из разновидностей воздушных бань и применяющееся во многих лабораториях.

Стальной или никелевый стакан *1* конической формы вставляют в стальную круглую пластинку *3*, имеющую в центре соответствующий вырез. В стакан вставляют фарфоровый треугольник *2* на платиновой проволоке или целиком из платины. На этот треугольник помещают тигель или чашку. Обогрев приспособления осуществляется таким же путем, как и других воздушных бань.

Песочные бани. Для осторожного нагревания до высокой температуры или для осторожного прокаливания довольно часто пользуются песочными банями (рис. 221). Для этого берут по возможности чистый мелкий песок

и помещают его на сковородку или в стальную чашку, насыпая так, чтобы получилась пирамидка. В середину сосуда с песком ставят подлежащий обогреву сосуд (колбу, тигель и т. д.), который должен быть погружен в песок так, чтобы он не касался дна сковороды или чашки. Рядом в песок помещают термометр. Свежий песок перед употреблением должен быть хорошо прокален (в вытяжном шкафу), чтобы сгорели все органические примеси, которые часто в нем имеются.

Однако лучше делать так: в центр песочной бани насыпать вначале столько песка, чтобы можно было только



Рис. 219. Воздушная баня из жестяной банки.

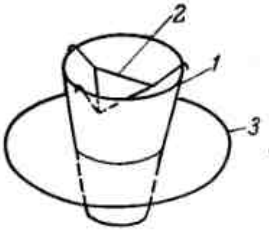


Рис. 220. Приспособление для выпаривания:
1 — никелевый стакан;
2 — треугольник;
3 — пластинка.



Рис. 221. Схема устройства песочной бани.

поставить сосуд, подлежащий нагреванию, а затем насыпать остальной песок до нужного уровня. Наиболее удобная форма песочной бани — полушаровидная.

Иногда вместо песка применяют стальные стружки. Недостатком такой бани является сравнительно быстрое остывание.

Масляные бани. Для наполнения масляных бань, очень распространенных в исследовательских лабораториях, пользуются высококипящими минеральными маслами, получаемыми из нефти, например цилиндровым, компрессорным и т. д. Масло наливают в чугунные цилиндрические бани или же в эмалированные кастрюли. Нагреваемый сосуд помещают в баню таким образом, чтобы уровень вещества в сосуде был на одном уровне с маслом.

В масло погружают специальный термометр, на котором красными цифрами или красной чертой обозначена максимальная температура, выше которой нагревать опасно. Термометр подвешивают на гибкой проволоке к лапке, укрепленной на штативе.

При высокой температуре масла начинают частично разлагаться с образованием дурно пахнущих и вызывающих головную боль продуктов, поэтому нагреваемая масляная баня должна находиться *в вытяжном шкафу*.

О возможности применения тех или иных минеральных масел для масляных бань можно судить по табл. 5.

Таблица 5

Минеральные масла, применяемые для масляных бань

Минеральное масло	ГОСТ	Температура вспышки по Вренкену °С	Вязкость кинематическая (при 100 °С)	Максимальная температура, до которой можно нагревать масляную баню °С
Цилиндровое 11 (2) . . .	1841—51	215	9—13	180
Компрессорное 12 («М») .	1861—54	216	11—14	180
Компрессорное 19 («Т») .	1861—54	242	17—21	200
Цилиндровое 24 (Висконзин)	1841—51	240	20—28	200
Цилиндровое 38 (6), дистиллят	6411—52	300	32—44	250
Цилиндровое 52 (Вапор)	6411—52	310	44—59	250

Иногда при продолжительном нагревании до высокой температуры масло в бане вспыхивает. Вспыхнувшее масло можно погасить, быстро накрыв баню листом асбеста. *Ни воду, ни песок для тушения воспламенившегося масла употреблять нельзя.*

При работе с масляной баней всегда должен быть *наготове кусок листового асбеста*, достаточный для того, чтобы им можно было накрыть баню.

Полезно подготовить два одинаковых куска листового асбеста, каждый из которых имеет в середине у одного края по одинаковому вырезу, чтобы в них помещался корпус прибора, погруженного в масло. В случае воспламенения масляной бани, когда в ней находится прибор, обе половинки накладывают с обеих сторон прибора так, чтобы они находили одна на другую.

Воспламенившееся масло можно также погасить, добавив в сосуд с горящим маслом достаточную порцию холодного масла. Поэтому полезно иметь наготове некоторый запас холодного масла.

Глицериновые бани. Значительно удобнее масляных бань глицериновые. Глицерин — густая, вязкая жидкость с температурой кипения выше 250° С. На глицериновой бане очень удобно вести обогрев до температуры не свыше 200° С. Баня обладает тем недостатком, что при перегревании возможно разложение глицерина с образованием акролеина, вызывающего слезотечение и кашель. Поэтому обогрев такой бани следует вести через асбест, но не на голом огне.

Парафиновые бани. Иногда вместо масляных бань используют парафиновые, для наполнения которых применяют парафин. Все сказанное о масляных банях относится и к парафиновым.

Масляная, глицериновая и парафиновая бани не обладают, подобно кипящей водяной, постоянной температурой, и поэтому при работе с ними необходимо все время следить за температурой.

В начале работы баню нагревают на довольно большом пламени горелки до температуры на 20—25° С ниже требуемой; после этого уменьшают пламя и осторожно доводят температуру бани до заданной. В дальнейшем температуру бани регулируют величиной пламени горелки. Если произошел перегрев, чего в работе следует избегать, то нужно или отставить горелку, или сильно уменьшить ее пламя.

Трикрезилфосфатные бани. В качестве теплоносителя очень удобен трикрезилфосфат, более устойчивый при нагревании, чем глицерин или парафин.

Трикрезилфосфат совершенно безопасен в пожарном отношении и может быть нагрет не менее чем до 250° С без заметного изменения цвета и свойств.

Силиконовые бани. Нагревание до температуры порядка 400° С достигается при использовании в качестве теплоносителей силиконов, т. е. кремнийорганических соединений. Наша промышленность выпускает несколько марок силиконовых масел, пригодных в качестве теплоносителей.

Бани из легкоплавких металлов и сплавов применяются в тех случаях, когда требуется очень постоянная температура нагрева. По форме и устройству они не отличаются от других бань; главное их преимущество состоит в том, что они совершенно не воспламеняются.

В качестве теплоносителя в таких банях применяют свинец, олово, висмут, сплавы этих металлов или специальные легкоплавкие сплавы. Часто применяют сплав Вуда, имеющий темп. пл. 65,5° С. Этот сплав (см. гл. 26) можно нагревать до 250° С и только не надолго — до 300° С.

Сплав Розе (темп. пл. ~94° С) применяют для нагревания до температуры, указанной для сплава Вуда.

Часто применяют технический свинец (темп. пл. 300° С). Чистый свинец (темп. пл. 327° С) можно использовать для нагревания в пределах от 350 до 800° С.

Со всеми этими сплавами и металлами следует работать под тягой, так как при нагревании металлы, особенно свинец, испаряются, пары же свинца ядовиты.

Металлы расплавляют в стальной чаше, лучше полушаровидной формы.

Эвтектические смеси. Кроме растворов солей для нагревания выше 300° С очень удобно применять смеси сухих солей, расплавляющихся при сравнительно низкой температуре и образующих расплав, выдерживающий температуру до 500° С. К таким смесям относится эквимолярная смесь азотнокислого натрия (48,7%) и азотнокислого калия (51,3%). Эта смесь имеет темп. пл. 219° С и применяется для нагревания от 230 до 500°С. Используют также смесь азотистокислого натрия (40%), азотнокислого натрия (7%) и азотнокислого калия (53%); темп. пл. смеси 142° С. Такая смесь пригодна для нагревания от 150 до 500° С. Однако при нагревании до высоких температур азотистокислый натрий постепенно окисляется.

Из органических соединений для приготовления эвтектических смесей применяют дифениловый эфир и дифенил. Эта смесь известна под названием даутерм А и имеет низкую точку плавления (12° С).

Бани с постоянной температурой. Для поддержания при нагревании строго определенной температуры нагревание удобно вести в парах какого-либо вещества, кипящего при данной температуре. Для этой цели служат бани с постоянной температурой (рис. 222). Горло широкогорлой колбы закрывают пробкой с двумя отверстиями: через одно пропускают стеклянную трубку так, чтобы она поднималась над пробкой на 30—50 *см*; во втором отверстии укрепляют пробирку или другой маленький сосуд, в котором находится реакционная смесь. На дно колбы наливают небольшое количество выбранной жидкости и нагревают

ее до кипения. Образующиеся пары обогревают сосуд. Стеклянная трубка служит воздушным холодильником, где пары жидкости конденсируются и в виде капель стекают обратно. Преимущество такого способа заключается в том, что при нем устраняется всякая опасность перегрева.



Рис. 222. Баня с постоянной температурой.

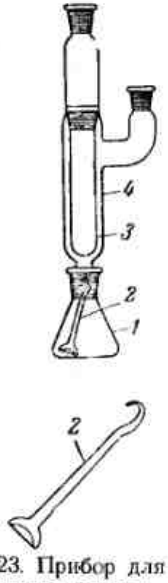


Рис. 223. Прибор для нагревания парами веществ с постоянной температурой кипения:

1 — колба; *2* — кипятильная палочка; *3* — трубка с нагреваемым веществом; *4* — трубка с отводом.

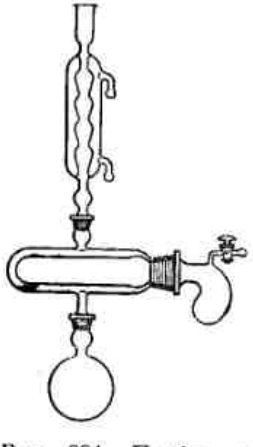


Рис. 224. Прибор для нагревания парами жидкостей.

Существуют специальные приборы для нагревания парами жидкостей. На рис. 223 показан один из таких приборов. В колбу *1* емкостью 50 *мл* или больше наливают жидкость с соответствующей температурой кипения. В колбе находится кипятильная палочка *2*. В горло колбы на шлифе вставлена открытая с обоих концов трубка *4* с отводом для укрепления обратного холодильника. Внутрь этой трубки, на шлифе, вставлена трубка *3*, в которую помещают вещество, подлежащее нагреванию при определенной температуре. Верхний конец этой трубки при необходимости может быть присоединен к обратному холодильнику. Пары выбранного для обогрева вещества омывают пробирку *3* и через отвод трубки *4* поступают в холодильник, конденсируются в нем и стекают обратно в колбу *1*. Все части прибора соединяются между собой шлифами.

Нагревание парами жидкостей можно применять для быстрого высушивания осадков. Для этой цели удобно использовать прибор, изображенный на рис. 224. Колбу заполняют не больше чем на $^2/_3$ жидкостью с определенной температурой кипения. При кипении жидкости пары обмывают внутренний сосуд стеклянного двухстенного прибора, создавая внутри него постоянную температуру, и поступают в холодильник. Сконденсированная жидкость снова стекает в колбу. Если применять пальчиковый холодильник достаточной высоты, прибор может работать почти без потерь обогревающей жидкости и не требует постоянного наблюдения.

Криптоловые бани. Иногда в банях с электрообогревом применяют криптол. Криптол — угольная крошка с определенным диаметром зерен. Для изготовления криптола наиболее пригодны размельченные угольные электроды. Криптоловые бани, как и криптоловые печи, дают возможность достигать очень большой температуры — до

Таблица 6

Температура кипения веществ, которые могут быть использованы в банях с постоянной температурой

Температура, до которой нужно нагревать, °С	Вещество	Температура кипения, °С	Температура, до которой нужно нагревать, °С	Вещество	Температура кипения, °С
130	Хлорбензол	132	210	Этилбензоат	212
150	Изопропилбензол	152	220	Метилсалицилат	224
175	*п*-Цимол	177	230	*н*-Пропилбензоат	230
180	*о*-Дихлорбензол	180	240	Диэтиленгликоль	245
	Анилин	184	250	*н*-Бутилбензоат	249
190	Декалин (*цис-* и *транс-*)	187—194	260	Изоамилбензоат	262
			280	Диметилфталат	280
190	Этиленгликоль	197	290	Диэтилфталат	290
190	Метилбензоат	200	300	Бензофенон	306
200	Тетралин	208	310	Бензилбензоат	323
210	Нитробензол	211			

2000° С. Температуру нагрева криптоловых бань регулируют при помощи реостатов.

В табл. 6 приводится температура кипения ряда веществ, применяемых при описанном способе нагревания.

Нагревание в атмосфере инертных или других газов

В тех случаях, когда по разным причинам нагревание какого-либо вещества или реакционной массы необходимо проводить в атмосфере инертного газа или иногда двуокиси углерода, можно применить приспособление, изображенное на рис. 225. На сковороду *1* кладут круг *2* из асбестового картона. На него ставят металлический стакан *6* без дна, имеющий в нижней части отверстие для пробки, через которую проходит проводящая двуокись углерода или какой-нибудь инертный газ трубка *3*. Стакан закрывают перевернутой стеклянной воронкой *8* с отрезанным концом. Над сосудом с обогреваемым веществом поме-

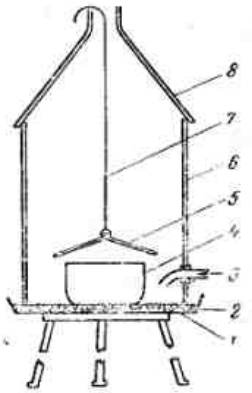


Рис. 225. Приспособление для нагревания в атмосфере инертного газа или двуокиси углерода:

1 — сковорода; *2* — асбестовый круг; *3* — трубка, через, которую подается газ; *4* — платиновый тигель; *5* — металлический зонт; *6* — металлический стакан; *7* — медная проволока; *8* — стеклянная воронка.

щают металлический зонт *5*, подвешиваемый на медной проволоке *7*, укрепляемой в воронке.

Для этой же цели часто пользуются так называемым тиглем Розе (рис. 226). Крышка этого тигля имеет отверстие, куда вставляют проводящую газ (обыкновенно водород) фарфоровую трубку. Газ должен быть тщательно высушен, и если для этого применялась серная кислота, то после промывалки ставят стеклянную трубку с сухой

ватой, задерживающей увлекаемые газом капельки серной кислоты.

Когда работают с водородом, при накаливании тигля он загорается у краев крышки. После того как нагревание будет закончено, пламя водорода следует погасить.

Для нагревания или прокаливания в атмосфере инертного газа или двуокиси углерода можно пользоваться также алюминиевой тигельной печью (рис. 227) цилиндри-



Рис. 226. Тигель Розе.

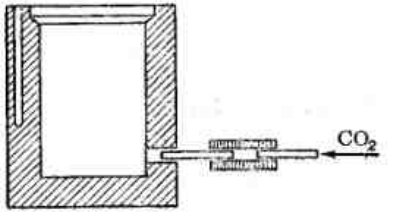


Рис. 227. Печь для нагревания в атмосфере инертного газа или двуокиси углерода.

ческой формы, диаметром 65 *мм*, высотой 90 *мм*. В центре этого цилиндра сделано углубление диаметром 50 *мм* и высотой 70 *мм*. В это углубление вставляют тигель, подлежащий нагреванию или прокаливанию. В нижней части цилиндра, перпендикулярно оси его, сделано отверстие, в которое ввинчивают небольшой кусок медной трубки. К этой трубке через переходную муфту из теплоизоляционного материала присоединяют медную трубку, в которую по резиновой трубке поступает CO_2 или другой газ.

В верхней части цилиндра, параллельно его оси, сделано углубление для термометра. Печь укрепляют на штативе в кольце подходящего диаметра и сверху прикрывают одним или двумя часовыми стеклами. Печь можно обогревать как газовой горелкой, так и при помощи электричества.

Нагревание полупроводниковыми пленками

Очень большой интерес для лабораторий представляет нагревание химической посуды — стеклянной, кварцевой, фарфоровой и керамической — при помощи полупровод-

никовых пленок, которые могут быть нанесены на любую поверхность.

В качестве полупроводника можно использовать пленки двуокиси олова. Для получения пленки двуокиси олова предварительно нагретое изделие (например, стакан, воронку, тигель и т. д.) обрабатывают спиртовым раствором хлорного олова или парами хлористого олова. Пленка хорошо закрепляется на поверхности стекла, кварца, фарфора и керамических материалов и обладает высокой механической прочностью и химической устойчивостью, однако она быстро разрушается под действием атомарного водорода.

К полупроводниковой пленке припаивают электропровода, которые служат для подключения прибора к электрической сети.

В условиях большинства химических лабораторий нанесение полупроводниковой пленки легче всего делать путем обработки наружной поверхности изделия (реже — внутренней поверхности) растворами хлоридов олова.

Подготовка изделий. Изделие, которое предполагают покрыть полупроводниковой пленкой, нагревают в электропечи до 450—500° С. Щелочные стекла перед нагреванием обрабатывают 0,5 н. раствором азотной кислоты при 50° С в течение 12—15 *ч*. Эта обработка имеет целью извлечение ионов щелочных металлов с поверхности стекла и образование кремнеземистой пленки, которая дает прочное сцепление покрытия со стеклом и заметно увеличивает электропроводность и прозрачность пленки SnO_2.

Изделия из фарфора и керамики не выщелачивают.

Поверхность изделия, которая не должна быть покрыта полупроводниковой пленкой, защищают слоем глины или шамота, накладываемым на изделие до нагревания.

Обработка изделий. Нагретое изделие извлекают из печи и обрабатывают спиртовым или водным раствором $SnCl_4$; лучшие результаты получаются при использовании спиртовых растворов. Для увеличения электропроводности пленки в раствор вводят восстановитель.

Рекомендованы следующие составы растворов для получения полупроводниковой пленки (в частях):

1. Этиловый спирт, 96%-ный	10
Хлорное олово ($SnCl_4 \cdot 5H_2O$)	3,5
Треххлористая сурьма ($SbCl_3$)	0,6
2. Этиловый спирт 96%-ный	10
Хлорное олово ($SnCl_4 \cdot 5H_2O$)	10
Восстановитель (гидразин, формалин и др.)	2,5

Тот или иной раствор наносят на подготовленную поверхность пульверизатором с высокой распыляющей способностью (давление 1,5—2 *атм*). Продолжительность пульверизации 30—40 *сек*. Чтобы получить сопротивление около 10—50 *ом*, пульверизацию проводят 5—10 раз.

Описанный способ применяют главным образом для создания покрытий на плоской поверхности.

Прикрепление электропроводов. Для того чтобы получить вполне надежный контакт между полупроводниковой пленкой и электродами, на пленку (в двух точках) следует нанести тонкий слой металла. Нанесение такого слоя может быть проведено: 1) методом вжигания паст; 2) химическим осаждением и 3) шоопированием (получение тонкого слоя путем пульверизации расплавленного металла).

Методом вжигания наносят слой серебра или платины. Для нанесения слоя серебра применяют пасту следующего состава (в частях):

Углекислое серебро (Ag_2CO_3)	8
Канифоль	1
Скипидар	4

Пасту наносят на изделие и нагревают его до 400° С. В результате образуются механически прочные слои электродов, к которым можно припаивать провода.

Слои серебра, наносимые методом химического осаждения, обладают малой механической прочностью и разрушаются при припайке проводов.

Нанесение металла методом шоопирования позволяет получать слои толщиной около 0,5 *мм*, достаточно устойчивые к плотности тока до 5 *а/см*^{2}. При шоопировании рекомендуется использовать сплавы, температура плавления которых выше 250° С.

Нагревание в посуде из электропроводящего стекла

В лабораториях используются некоторые виды химической посуды, изготовленной из электропроводящего стекла.

Стаканы и колбы различной емкости, сделанные из такого стекла, имеют впаянные контакты, расположенные один против другого на противоположных сторонах сосуда. Эти контакты присоединяют к электрической сети (127,

220 *в*) через реостат, что позволяет хорошо регулировать температуру нагревания.

Применение электропроводящего стекла для нагревания многих жидкостей и особенно воды выгоднее и значительно удобнее нагревания на электрических плитках.

Однако не все жидкости и растворы можно нагревать в посуде из электропроводящего стекла. В тех случаях, когда электрический ток может вызывать химические реакции в растворах, применять такую посуду нельзя.

Нагревание газов и паров

Для некоторых работ бывает необходимо нагревать воздух или какой-либо другой газ или использовать перегретый водяной пар.

Для нагревания до заданной температуры струю газа или воздуха пропускают через трубку или змеевик (из стекла, кварца или металла), помещенные в какую-либо баню с постоянной температурой.

Перед пропусканием через трубку или через змеевик воздух или газ должны быть предварительно очищены от



Рис. 228. Пароперегреватели с газовым обогревом.

пыли, если необходимо, обезвожены (см. гл. 16 «Высушивание») и освобождены от летучих примесей.

Для освобождения от пыли воздух фильтруют (см. гл. 11 «Фильтрование»).

Для перегревания водяного пара пользуются так называемыми пароперегревателями. Они чаще всего представляют собой медную, спирально изогнутую трубку (рис. 228), один конец которой соединяют с парообразователем (паровичком), а другой — с перегонной колбой или с другим прибором. Иногда около верхнего конца делают тубус для термометра, который показывает температуру перегретого газа, поступающего в прибор. Пароперегреватели нагревают на сильном пламени газовой горелки.

Для нагревания неагрессивных паров и газов применяют алюминиевый блок *1* (рис. 229), в центре которого проходит шнековый винт *2* так, что между осью шнека и стенкой блока образуется спиральный канал *3*, по которому проходит газ или пар. Блок имеет две съемные круглые пластины *4*, закрывающие алюминиевый блок снизу и сверху. В блоке имеются гнезда для термометров или термопар для контроля температуры нагреваемого газа или пара.

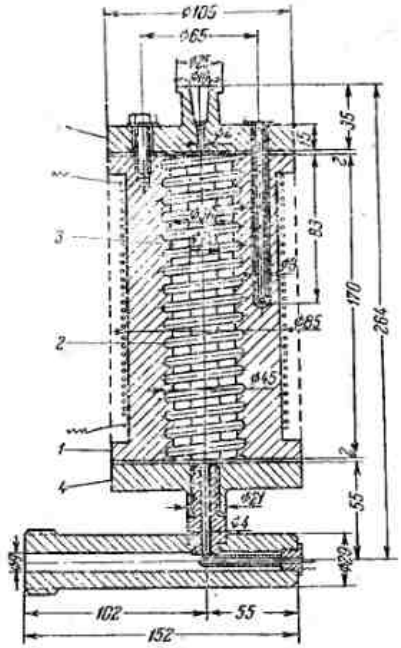


Рис. 229. Приспособление для нагревания неагрессивных паров и газов:

1 — алюминиевый блок; *2* — шнековый винт; *3* — спиральный канал; *4* — съемные пластины.

Алюминиевый блок обогревают при помощи изолированной электрообмотки (600 *вт*). Приспособление позволяет нагревать до 200° С около 200 *л/ч* газа или пара.

Нагревание при микро- и полумикрохимических работах

Малые количества веществ, используемых при полумикро- и микрохимических работах, а также малые размеры посуды, применяемой при этом, требуют и специаль-

ных приемов нагревания. Для этой цели чаще всего используют так называемые нагревательные блоки (рис. 230). Они представляют собой металлические бруски, обычно квадратного сечения, с высверленными гнездами такого размера, чтобы в них свободно помещались применяемые при работе сосуды, тигли или приборчики и термометр. Один конец такого блока несколько удлинен и служит для нагревания. Его нагревают или при помощи газовой горелки, или электричеством.

Металлические блоки применяют для нагревания выше 100° С. Если требуется нагревание ниже 100° С, то лучше

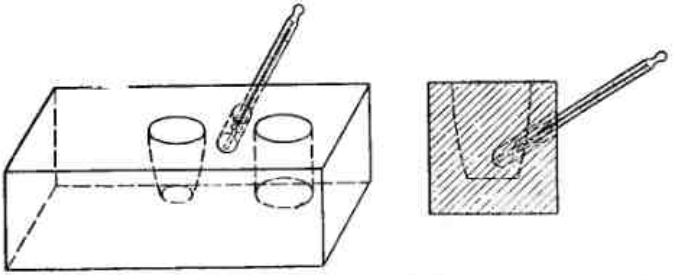


Рис. 230. Металлический нагревательный блок, применяемый при микро- и полумикрохимических исследованиях.

применять водяную баню, изготовляемую из стакана емкостью 100 *мл* (см. стр. 208). Для этих же целей хорошо пользоваться паровой баней, вроде той, которая описана для нагревания парами веществ с требуемой температурой кипения, но с использованием в качестве такого вещества воды.

Проводя нагревание, необходимо руководствоваться следующими основными правилами:

1. *Прежде чем зажечь горелку, работающую на жидком топливе, надо убедиться, что в ней нет каких-либо неисправностей.*

Если работа ведется с газовой горелкой (Теклю или Бунзена), перед зажиганием надо закрыть доступ воздуха.

2. *Нельзя нагревать посуду из простого химического стекла на голом пламени.* При нагревании следует пользоваться листами асбеста или асбестированными сетками.

3. Диэтиловый эфир, спирты, бензол, бензин, петролейный эфир и другие *огнеопасные вещества нельзя нагревать непосредственно на голом пламени*, а обязательно на водяной бане. При работе с огнеопасными веществами *горелки должны быть погашены.*

4. При работе с водяной баней необходимо следить за тем, чтобы в ней всегда была вода.

5. При работе с масляной и парафиновой банями следует предохранять их от перегрева. *Воспламеняющиеся масляные бани гасят, закрывая их листом асбеста.*

ПРОКАЛИВАНИЕ

Прокаливанием называют операцию нагревания твердых веществ до высокой температуры (выше 400° С) с целью: а) освобождения от летучих примесей; б) достижения постоянной массы; в) проведения реакций, протекающих при высоких температурах; г) озоления после предварительного сжигания органических веществ. Нагревание до высокой температуры проводят в печах (муфельных или тигельных). Очень часто в лабораториях приходится прокаливать такие вещества, как $CaCl_2 \cdot 6H_2O$, $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$ и др., с целью обезвоживания. Прокаливание обычно ведут на газовых плитках, вещество помещают на стальные сковороды. Если нельзя допускать загрязнения препарата железом, то прокаливать нужно в шамотных тарелках или сковородах. Никогда не нужно помещать на сковороду большое количество соли, так как при обезвоживании соль разлетается, что вызывает значительные ее потери.

Если приходится что-либо прокаливать в фарфоровом или шамотном тигле, то тигель нагревают постепенно: вначале на небольшом пламени, потом пламя понемногу увеличивают. Во избежание потерь при прокаливании тигли обычно закрывают крышками. Если в таком тигле приходится что-либо озолять, то сначала при слабом нагревании сжигают вещество в открытом тигле и уже после этого закрывают тигель крышкой.

Если фарфоровый тигель после работы загрязнен внутри, то для очистки в него наливают концентрированную азотную кислоту или дымящую соляную кислоту и осторожно нагревают. Если ни азотная, ни соляная кислоты не удаляют загрязнение, то берут смесь их в пропорции: азотная кислота — 1 объем и соляная кислота — 3 объема. Иногда загрязненные тигли обрабатывают или концентрированным раствором $KHSO_4$ при нагревании, или плавлением этой соли в тигле с последующей промывкой его водой. Бывают, однако, случаи, когда все указанные приемы не помогают; такой не поддающийся очистке тигель рекомендуется применять для каких-нибудь неответственных работ.

В практике аналитических работ, когда приходится прокаливать окислы металлов, например Fe_2O_3, нужно заботиться о том, чтобы пламя горелки не соприкасалось с прокаливаемым веществом (во избежание восстановления). В таких случаях применяют платиновые пластинки с отверстием в центре, в которое вставляют тигель. Эти пластинки можно укрепить в асбестовом картоне. Вместо платины можно применять также не окисляющиеся и не разрушающиеся при прокаливании глиняные или шамотные пластинки с круглым отверстием в центре.

При прокаливании осадка в тигле Гуча последний вставляют в обыкновенный, несколько бо́льших размеров фарфоровый тигель так, чтобы стенки обоих тиглей не соприкасались. Для этого тигель Гуча обвертывают полоской увлажненного асбеста и, нажимая, вдавливают в предохранительный тигель так, чтобы расстояние между дном того и другого равнялось нескольким миллиметрам. Сначала все вместе высушивают при 100° С, затем тигель Гуча вынимают, а предохранительный тигель вместе с асбестовым кольцом перед первым употреблением сильно прокаливают.

Очень осторожного обращения требуют платиновые тигли, которые неопытные работники часто прожигают. Во избежание этого нагревание платиновой посуды на голом пламени нужно вести так, чтобы *внутренний конус пламени горелки не касался платины*. При соприкосновении же этого конуса с платиной образуется карбид платины. Сильные разрушения платины происходят при температуре, близкой к ее температуре плавления.

Незначительные разрушения поверхности устраняют путем накаливания в окислительной среде. Сильно поврежденный тигель вместе с образовавшимся порошком карбида платины (который обязательно следует собирать) сдают для переплавки.

Если платиновый тигель загрязнился, его следует очистить, нагревая в нем чистую азотную кислоту (без следов соляной кислоты). Если это не помогает, в тигле плавят $KHSO_4$ или $NaHSO_4$. Когда и этим не достигают цели, стенки тигля протирают тончайшим кварцевым (белым) песком или тонким наждаком (№ 000).

Очень удобны *кварцевые* тигли, обладающие многими ценными свойствами, как-то: большая термическая прочность, химическая индиферентность к большинству веществ и пр. Однако нужно помнить, что кварц сплавляется с щелочами или щелочными солями.

В некоторых случаях прокаливание или нагревание необходимо проводить или в окислительной, или в восстановительной, или в нейтральной среде. Чаще всего для этих целей применяют трубчатые либо специальные печи, через которые во время прокаливания пропускают соответствующий газ из баллона. Для создания окислительной среды пропускают кислород, для создания восстановительной среды — водород или окись углерода. Нейтральную атмосферу создают пропусканием аргона и иногда азота. При решении вопроса, какой газ следует применять

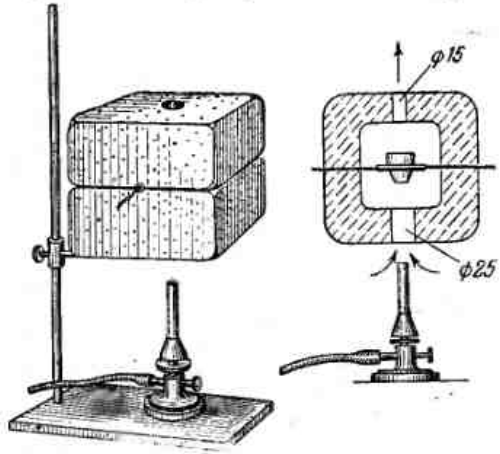


Рис. 231. Разъемная печь для нагревания до высокой температуры.

в каждом отдельном случае, нужно знать, не будет ли выбранный газ при высокой температуре реагировать с данным веществом. Даже такой казалось бы инертный газ, как азот, в известных условиях может образовывать соединения типа нитридов.

Для прокаливания при помощи газовых горелок очень удобна разъемная печь (рис. 231). Ее изготовляют из двух шамотных или диатомитовых кирпичей, выдалбливая в них одинакового размера выемки так, чтобы при наложении кирпичей друг на друга внутри образовалась камера. В центре верхнего кирпича просверливают отверстие диаметром 15 *мм*, а в центре нижнего — 25 *мм*. В плоскости касания кирпичей делают желобки для укрепления фарфорового треугольника, в который ставят тигель.

Нагревая эту печь горелкой Теклю или Меккера, можно достичь температуры до 1100° С. Температуру регулируют, изменяя расстояние печи от горелки.

Когда прокаливать в платиновом тигле нельзя, можно применять так называемые «содовые» тигли. Тонко измельченный и предварительно прокаленный углекислый натрий насыпают в фарфоровый тигель, например № 4, до половины его высоты. Затем тигель меньшего размера вдавливают в соль так, чтобы из нее был оформован «содовый» тигель (рис. 232). Не вынимая внутренний тигель, все это помещают на ночь в выключенную после нагревания муфельную печь. К утру содовый тигель готов и в нем можно проводить щелочное плавление, например некоторых руд или минералов. Na_2CO_3 плавится при температуре 870° С; следовательно, «содовый» тигель можно нагревать до 600° С.



Рис. 232. Формовка «содовых» тиглей.

НЕСКОЛЬКО ЗАМЕЧАНИЙ О РАБОТАХ, СВЯЗАННЫХ С НАГРЕВАНИЕМ И ПРОКАЛИВАНИЕМ

При работе с нагревательными приборами (газовыми, электрическими или керосиновыми) нужно принимать меры предосторожности во избежание несчастных случаев и пожара.

Кроме приведенных выше правил, следует обратить внимание еще на некоторые моменты.

При работе с газом нужно обязательно следить за тем, чтобы он не вытекал из газовой сети и не накоплялся в помещении лаборатории. Газовые краны, когда горелки не работают, должны быть хорошо закрыты. Время от времени их нужно проверять, поднося к закрытому крану горящую спичку.

Иногда давление газа в газопроводе начинает постепенно уменьшаться. Это не только может зависеть от работы газового завода, но и являться следствием отложения на стенках газовых труб осадка нафталина*; диаметр труб при этом уменьшается и подача газа затрудняется. В подобных случаях нужно прочистить газопровод, что должен делать специалист.

* При пользовании природным газом этого не бывает.

Во избежание ожогов при нагревании и прокаливании никогда *не следует брать голыми руками* нагретые колбы, стаканы, чашки и пр.; необходимо или обвернуть их полотенцем, или же надеть на пальцы по куску толстостенной резиновой трубки, разрезанной по длине (рис. 233).

Для того чтобы брать чашки, можно сделать из толстой проволоки прихватку, напоминающую обыкновенный сковородник.

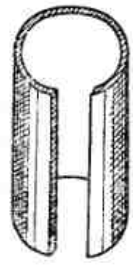


Рис. 233. Напалечник из резиновой трубки.

При нагревании или при прокаливании веществ, которые могут разбрызгиваться, обязательно следует надевать предохранительные очки для защиты глаз.

При пользовании нагревательными приборами, работающими на жидком топливе, *не следует давать им перегреваться*, так как это *сопряжено с опасностью взрыва прибора*. При длительной работе резервуар прибора нужно периодически охлаждать или погасив прибор, или же обложив резервуар его асбестом и иногда смачивая последний водой.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Об электронагревательных приборах, применяемых в лабораториях, см. Веселовский В. С., Шманенков И. В., Носачев Е. В., Нагревательные приборы в лабораторной практике, Госхимиздат, 1951.

О водяной бане улучшенной конструкции см. РЖХим, 1957, № 4, 289, реф. 12310.

О нагревании полупроводниковыми пленками см. Umblia, The glass, **32**, № 12 (1955); Australian J. appl. Sci., 5, № 1 (1954); Gomer, Rev. Sci. Instr., **24**, 493, 109 (1953); Кузнецов А. Я., Круглова А. В., Крыжановский Б. П., Зав. лаб., **22**, № 8, 993 (1956); Зав. лаб., **23**, № 1, 90 (1957); Крыжановский Б. П., Кузнецов А. Я., Приборы и техн. экспер., № 4, 76 (1958).

О нагревании при микро- и полумикрооперациях см. Черонис Н., Микро- и полумикрометоды органической химии, Издатинлит, 1960.

О способах нагревания и регулирования температуры см. Пинкава Я., Лабораторная техника непрерывных химических процессов, Издатинлит, 1961.

Плазменные горелки и их применение для получения сверхвысоких температур см. Collongues R., Techn. mod., **54**, № 11, 476 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 12Д39; Mém. Soc. ingrs civil France, **115**, № 12 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 12Д39; Galtier F., Leprince-Ringuet F., Reboux J., Collongues R.,

Chaudron G., Compt. rend., **255**, № 20, 2539 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 13Д52.

О высокотемпературной лабораторной печи без керамики см. Paller E., Wiss. Z. Techn. Univ. Dresden, **10**, № 6, 1423 (1962).

Об установке для автоматического регулирования температуры в лабораторных печах см. Усвицкий М. Б., Стекло и керамика, № 1, 16 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 16Е67.

О лабораторной вакуумной печи для очень высоких температур см. Schmitt J., Verreset réfract., **16**, 222 (1962); РЖХим, **1964**, 2И68.

О нагревательной бане с лампами накаливания см. Obrtal M., Puršj., Spidla I., Chem. listy, **57**, 1187 (1963); РЖХим, **1964**, 9Д44.

Об инфракрасном излучении и его использовании в промышленной лаборатории см. Ienatschke A., Glas- und Instr. Techn., 7, № 12, 676, 678, 683 (1963); РЖХим, **1964**, 15Д15.

О лабораторных трубчатых печах для температур до 1300 °С см. Huml K., Simeček T., Českosl. časop. fis., A14, 46 (1964); РЖХим, **1965**, 5Д46.

Глава 5

ВЕСЫ И ВЗВЕШИВАНИЕ

Взвешиванием называют сравнение массы данного тела с массой гирь, масса которых известна и выражена в определенных единицах (*мг*, *г*, *кг* и др.). Весы являются важнейшим прибором в химической лаборатории, так как почти ни одна работа в ней не обходится без определения массы того или иного вещества или тары, в которую помещают взвешиваемое вещество.

В зависимости от точности, с которой проводят взвешивание, весы разделяют на следующие группы:

1) для грубого взвешивания (точность до граммов);
2) для точного взвешивания (точность от 1 до 10 *мг*);
3) аналитические:
   а) обычные (точность до 0,1—0,2 *мг*);
   б) полумикрохимические (точность до 0,01 — 0,02 *мг*);
   в) микрохимические (точность до 0,001 *мг*);
   г) ультрамикрохимические (точность до 10^{-6} — 10^{-9} *мг*);
4) специальные (пробирные, торзионные и пр.).

Каждая из этих групп подразделяется на подгруппы в зависимости от конструктивных особенностей.

Каждые весы имеют свой разновес, т. е. набор гирь. На каждой гирьке разновеса обозначена ее масса, причем эта масса носит название номинальной. Истинная масса обычно не равна номинальной. Для разновеса аналитических весов это отклонение выражается в десятых, а иногда в сотых долях миллиграмма и не отражается на точности взвешивания. Но чем меньше гиря, тем больше ее относительная неточность.

Пример. Если гири массой 500 и 100 *мг* имеют отклонение 0,1 *мг*, то относительная неточность, выражаемая отношением отклонения к номинальной массе, будет соответственно равна: $\frac{0,1}{500} = 000,02$ и $\frac{0,1}{100} = 0,001$, т. е. для второй гири в пять раз больше.

В разновесах к весам более грубым, чем аналитические, относительное отклонение гирь может быть более значительным. Величина отклонения номинальной массы от истинной характеризует точность разновеса.

Гири разновеса необходимо периодически проверять и клеймить.

ВЕСЫ ДЛЯ ГРУБОГО ВЗВЕШИВАНИЯ

Существует много типов весов для грубого взвешивания: рычажные, типа безменов, различные чашечные и циферблатные. Эти весы называют также столовыми. На каж-

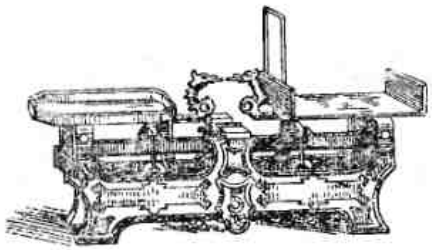


Рис. 234. Чашечные весы для грубого взвешивания.

дых весах указана предельная нагрузка, допустимая при пользовании данными весами. Эта предельная масса называется грузоподъемностью. Весы для грубого взвешивания могут иметь различную предельную нагрузку, или грузоподъемность: от 1 до 50 *кг* — и дают возможность взвешивать с точностью до 2%. Точность взвешивания на циферблатных весах до 0,5%.

Весы устанавливают на ровной горизонтальной поверхности стола. Станина любых весов должна стоять устойчиво, не качаясь, без перекосов. У чашечных весов (рис. 234) указатели в нерабочем состоянии должны находиться один против другого, т. е. в положении равновесия, а у рычажных или циферблатных — указатель или стрелка должны показывать на нулевое деление. Перед взвешиванием на любых весах для грубого взвешивания обязательно проверяют правильность установки их и чистоту чашек или площадок для взвешивания.

Разновес. Для взвешивания на весах описываемого типа применяют чугунные, фарфоровые или латунные,

иногда никелированные гири, подобранные в деревянной колодке с гнездами, соответствующими размеру гирь. Например, в колодке разновеса для чашечных весов могут быть гири: 1 *кг*, 500 *г*, 200 *г*, 200 *г*, 100 *г*, 50 *г*, 20 *г*, 20 *г*, 10 *г*, 2 *г*, 2 *г* и 1 *г*.

Для циферблатных весов мелкий разновес до 100 *г* не нужен, так как на них масса в граммах указывается стрелкой на циферблате.

Взвешивание. При взвешивании на грубых чашечных весах разного рода сыпучие материалы насыпают не непосредственно на чашку весов, а в какую-либо тарированную, т. е. предварительно взвешенную или уравновешенную посуду (коробку, ящик, банку, стакан и т. д.). Для этого на правую чашку весов ставят тару, в которой будут производить взвешивание, а на левую кладут какой-либо груз, уравновешивающий тару, например гири, дробь, гвозди и т. п. Затем на левую чашку весов кладут гири требуемой массы. После этого в тару насыпают взвешиваемый материал до тех пор, пока весы не уравновесятся. Если взвешиваемый материал окажется в избытке, его снимают при помощи рогового совочка, шпателя, ложки или даже картона либо бумаги. *Нельзя снимать излишки или досыпать недостающее количество материала пальцами.* Чем ближе к концу взвешивания, тем осторожнее следует добавлять материал.

Если нужно определить массу какого-либо предмета (например, банки с материалом, прибора и т. д.), то взвешиваемый предмет кладут на левую чашку весов, а гири — на правую, причем вначале кладут крупные гири, а потом — более мелкие.

При взвешивании жидкости нужно заботиться, чтобы она не попадала на чашки весов. Жидкость вливают небольшими порциями; к концу взвешивания рекомендуется наливать ее, пользуясь стаканом с носиком.

Особой осторожности требует взвешивание кислот, например серной. *Дымящие или дурно пахнущие жидкости следует взвешивать исключительно под тягой.*

Необходимо отметить, что когда известна плотность жидкости, предпочитают брать ее не по массе, а по объему; чтобы перевести массу в объем, пользуются формулой:

$$\text{объем} = \frac{\text{масса}}{\text{плотность}}$$

Завод «Госметр» (Ленинград) выпускает быстродействующие технические весы ВТК-500 (рис. 235). Взвешивание на этих весах в десять раз быстрее, чем на чашечных весах, и значительно проще.



Рис. 235. Быстродействующие технические весы ВТК-500.

Взвешиваемый предмет или тару помещают на площадку весов и рукояткой, расположенной справа, механически подбирают встроенные гири. Счетчик и оптическое устройство, которым оборудованы эти весы, дают непосредственный отсчет массы.

Основная характеристика этих весов:

Предельная нагрузка	500 *г*
Цена деления шкалы	0,1 *г*
Время успокоения	10 *сек*

Перед взвешиванием весы ВТК-500 следует подключить к электросети.

Разновеса для этих весов не требуется, что является их большим преимуществом.

ВЕСЫ ДЛЯ ТОЧНОГО ВЗВЕШИВАНИЯ

Весы для точного взвешивания дают возможность взвешивать с точностью до 10 *мг* и реже — до 1 *мг*. Имеется много типов весов для точного взвешивания как двуплечих, так и одноплечих.

Простейшим типом весов для точного взвешивания являются ручные, или аптечные (рис. 236). Предельная нагрузка ручных весов может быть различна и достигает 100 *г*.

Для точного взвешивания применяют разнообразные так называемые технохимические и технические весы. Технохимические весы (рис. 237) более совершенны, и их грузоподъемность может составлять от 200 *г* до нескольких килограммов. В отличие от весов для грубого взвешивания у весов для точного взвешивания имеется так называемое арретирное устройство и балансировочные гайки. При помощи арретирного устройства самые ответственные части весов — призмы коромысла

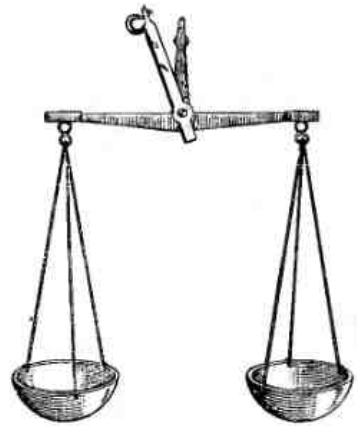


Рис. 236. Ручные, или аптечные, весы.

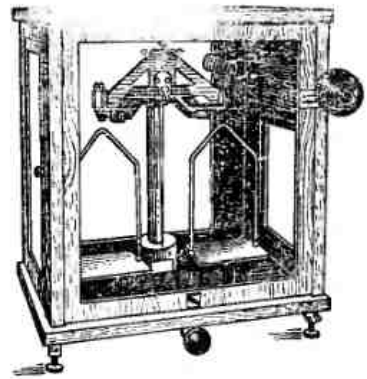


Рис. 238. Технохимические весы 1-го класса Т 1—1.

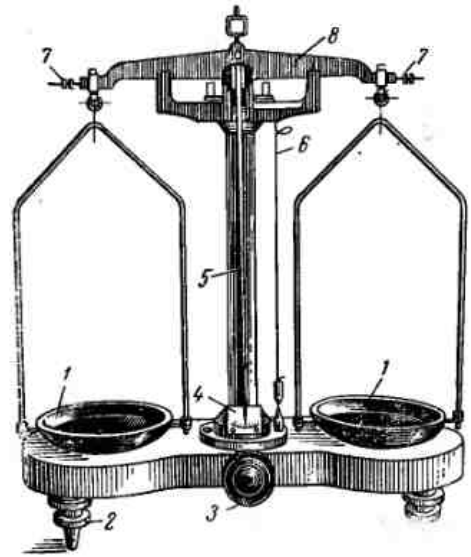


Рис. 237. Технохимические весы:
1 — чашки; *2* — установочные винты; *3* — ручка арретира; *4* — шкала; *5* — стрелка; *6* — отвес; *7* — балансировочные гайки; *8* — коромысло.

и подушки — в нерабочем положении отделяются и не касаются площадок. Это предохраняет призму от износа, а весы — от потери чувствительности. При взвешивании поворотом ручки арретира весы приводят в рабочее положение.

Точные весы (кроме ручных) устанавливают стационарно, в определенном месте лаборатории, строго по отвесу, с соблюдением правил, указанных в инструкции к ним. Для регулировки положения у весов имеются передние винтовые ножки, которые опираются на круглые металлические подставки с выемками в центре.

При правильной установке весов острие отвеса должно совпадать с вершиной конуса, находящегося у подножки колонки. У некоторых типов весов вместо отвесов имеются жидкостные уровни с пузырьком воздуха.

Если при опускании арретира весы не будут находиться в равновесии, его добиваются при помощи балансировочных гаек.

Промышленность выпускает типы лабораторных весов 2-го и 1-го классов; технические весы 2-го класса с грузоподъемностью 200 *г* (Т—200), 1000 *г* (Т—1000) и 5000 *г* (Т—5000). У первых весов допустимая погрешность при наибольшей нагрузке составляет ±60 *мг*, у вторых ±200 *мг* и у третьих ±500 *мг*.

Технические весы 1-го класса выпускаются с грузоподъемностью 1 *кг* (Т 1—1), 10 *кг* (Т 1—10), 20 *кг* (Т 1—20) и 50 *кг* (Т 1—50). Цена деления шкалы соответственно 20 *мг*, 100 *мг*, 200 *мг*, 250 *мг*.

Весы грузоподъемностью 1 *кг* (Т 1—1) (рис. 238) помещены в остекленную деревянную витрину с тремя дверцами. В верхней части коромысла укреплены балансировочные (тарировочные) винты с гайками и регулятор центра тяжести коромысла. У таких весов колебания стрелки быстро затухают под тормозящим действием лопатки стрелки, помещенной в масляной ванне. Кроме того, весы снабжены устройством для механического накладывания миллиграммовых гирь (в пределах от 10 до 900 *мг*). Эти гири имеют форму колец; поворотом на нужный угол лимбов, укрепленных в правой части витрины, гири накладывают на подвеску гирьной площадки. На лимбах имеются надписи, показывающие массу наложенных гирь. Гири накладывают при закрытых дверцах витрины, что предохраняет весы от действия потоков воздуха.

Технохимические весы (особенно призмы, подушки для них, а также чашки) следует время от времени очищать. На многих технохимических весах серьги, стремена и чашки бывают занумерованы одним и тем же номером. При сборке таких весов детали с одинаковыми номерами нужно соединять друг с другом. Если, например, на одном конце коромысла стоит цифра «1», то на этот конец следует надеть серьгу, стремя и чашку с тем же номером. Нужно также следить, чтобы балансировочные винты, расположенные на обоих концах коромысла, не были изогнуты и легко

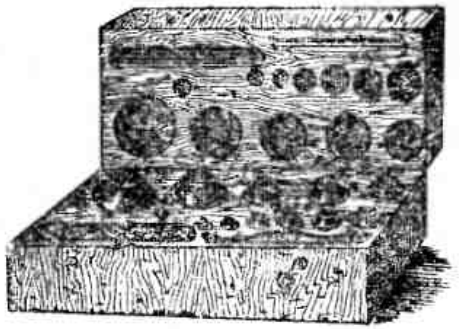


Рис. 239. Точный разновес.

перемещались по нарезке. Винт, прикрепляющий стрелку весов к коромыслу, должен быть завернут до отказа.

Точный разновес. Для взвешивания на технохимических весах применяют точный разновес(рис. 239). Он представляет собой набор гирь, расположенных в определенном порядке в гнездах деревянного ящика, имеющего крышку. Граммовые гири точного разновеса по большей части никелированные, но встречаются и фарфоровые. Самая крупная гиря в таком разновесе имеет массу 500 *г*. Кроме граммовых гирь, в разновесе имеются миллиграммовые гири (рис. 240) в виде пластинок из алюминия, нейзильбера или никеля. Для удобства распознавания гири делают разной формы: пятисот- и пятидесятимиллиграммовые — шестигранные; двухсот- и двадцатимиллиграммовые — прямоугольные, ста- и десятимиллиграммовые — треугольные.

Каждая миллиграммовая гирька имеет загнутый краешек, или ушко, за который берут ее пинцетом, когда кла-

дут на весы или когда снимают с них. На каждой гирьке стоит число, обозначающее массу гири в миллиграммах: 500, 200, 100, 50, 10 и реже 5, 2 и 1.

Взвешивание. Взвешивание на технохимических весах более сложно, чем на весах для грубого взвешивания. Прежде всего следует убедиться, что весы работают правильно. Технохимические весы, так же как и аналитические, имеют так называемое арретирное приспособление, или арретир.

Перед взвешиванием проверяют, правильно ли по отвесу стоят весы, и в противном случае с помощью установочных ножек-винтов добиваются правильной их установки.

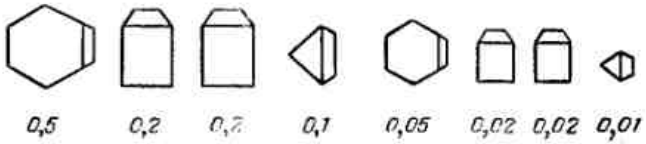


Рис. 240. Миллиграммовый разновес.

После этого опускают арретиром коромысло весов и наблюдают колебания стрелки по нижней шкале. Если стрелка при колебании отклоняется от нуля на одно и то же число делений вправо и влево, весами можно пользоваться. Если же стрелка отклоняется от нуля в одну сторону более, чем в другую, нужно посмотреть нет ли на чашках весов каких-нибудь загрязнений, чисты ли призмы и гнезда для них. Если же и после устранения этих неполадок стрелка будет отклоняться в одну сторону более, чем в другую, нужно при помощи балансировочных гаек добиться равномерного колебания стрелки, или, как говорят, установить весы на нуль.

Однако и при условии, что весы не установлены на нуль, можно провести точное взвешивание. Для этого на правую чашку весов помещают взвешиваемый предмет, на левую — гири до установления весов на нуль. После этого взвешиваемый предмет переносят на левую чашку, гири — на правую. При этом одна из чашек будет перевешивать другую; добавляя или снимая разновески, снова уравновешивают весы. Истинная масса тела равна среднему арифметическому между результатами этих двух взвешиваний. Такой прием называется способом двойного взвешивания.

Пример. Масса предмета при первом взвешивании оказалась равной 24,42 *г*. При втором взвешивании, когда взвешенный предмет и гири поменяли местами, масса оказалась равна 24,38 *г*. Тогда истинная масса предмета будет равна

$$\frac{24{,}42 + 24{,}38}{2} = 24{,}40\ г$$

По окончании взвешивания с чашек весов удаляют взвешиваемый предмет и немедленно же убирают гири и разновески, укладывая их в установленном порядке в футляр. Сказанное относится как к грубым, так и к технохимическим и особенно аналитическим весам.

При инвентаризации весов *категорически воспрещается ставить номера на коромысле и на чашках*, что иногда делают неопытные работники.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВЕСЫ

Весы для аналитических работ подразделяют на 1-й и 2-й класс точности; по конструкции — на весы периодического качания и апериодические, или демпферные.

По системе нагрузки мелкого разновеса аналитические весы, кроме обычных, бывают с цепочкой, полуавтоматические и автоматические.

Установка аналитических весов. Аналитические весы (рис. 241) помещают в специальной так называемой весовой комнате, причем при установке их руководствуются следующими правилами.

Для каждых аналитических весов должна быть установлена полка на кронштейнах (рис. 242), укрепленных на капитальной стене.

На эту полку, кроме аналитических весов, нельзя ничего ставить; нельзя также облокачиваться на нее. Около аналитических весов нельзя ставить нагретые до высокой температуры предметы. Недопустимо также, чтобы на весы падал прямой солнечный свет или чтобы они были расположены близко от отопительных приборов, так как это вызывает неравномерное нагревание плеч коромысла весов, приводящее к неравноплечию. Весы нельзя помещать также у наружной стены здания, имеющей неодинаковую температуру летом и зимой, что отражается на точности аналитических весов.

Весы нельзя располагать в тех местах, где фундамент или стены дрожат в результате движения транспорта и т. п.

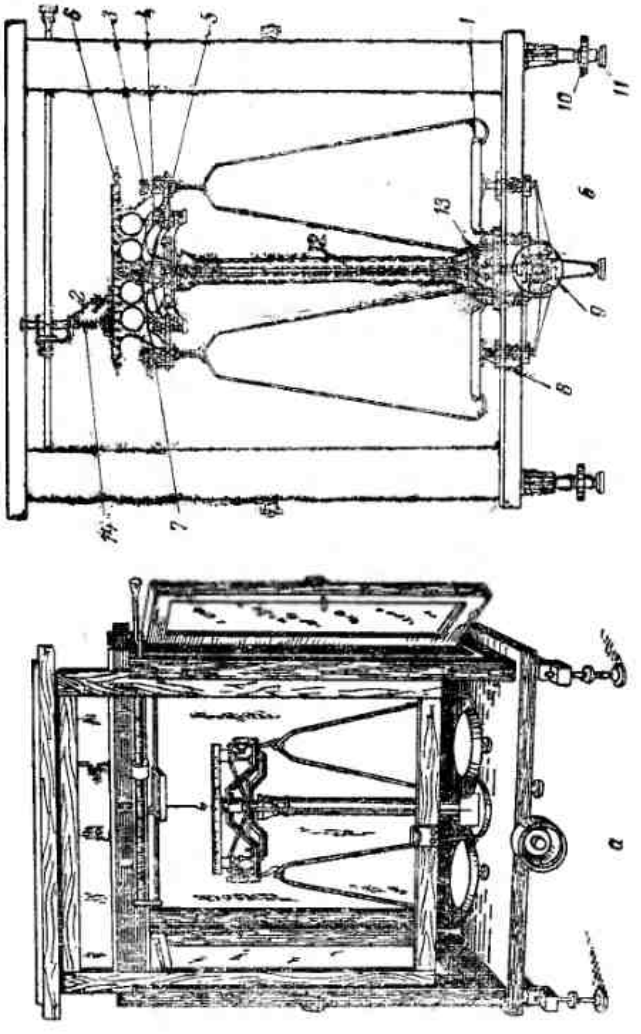


Рис. 241. Аналитические весы периодического качания:
а — общий вид; *б* — схема; *1* — чашки; *2* — коромысло; *3* — серьги; *4* — опорные винты; *5* — подушка весов; *6* — регулировочные грузики; *7* — опорная призма; *8* — изолирующие упоры; *9* — ручка арретира; *10* — установочные винты; *11* — подставка; *12* — стрелка; *13* — шкала; *14* — рейтерное приспособление.

Слева от полки для аналитических весов (несколько ниже ее) рекомендуется укрепить другую полку, на которую ставят эксикатор со взвешиваемым предметом.

Если аналитические весы находятся в здании, подвергающемся некоторым сотрясениям в результате работы тяжелых машин или транспорта, взвешивание может сильно затрудняться, а на микровесах может оказаться вообще невозможным. В подобных случаях используют массивные мраморные плиты, которые кладут на прокладки из резины или пенопласта, причем лучше использовать три прокладки, расположив их в виде треугольника. Стол, на который укладывают мраморную плиту, укрепляют на

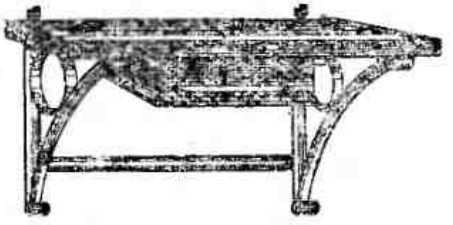


Рис. 242. Кронштейн для аналитических весов.

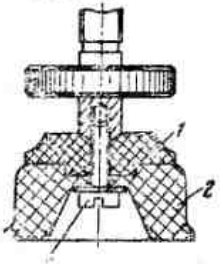


Рис. 243. Амортизатор к весам:
1 — пластмассовый подпятник; *2* — резиновое основание; *3* — винт.

кронштейнах в капитальной стене. Между ножками весов и поверхностью, на которой они стоят, рекомендуется помещать дополнительные амортизаторы. Некоторые весы выпускаются с установочными винтами, снабженными постоянными амортизаторами, устройство которых показано на рис. 243. Амортизатор представляет собой резиновое толстое основание *2*, в верхнюю выемку которого вложен подпятник *1* из пластмассы. Во внутреннее конусное отверстие подпятника помещают установочный винт, который через отверстие снизу крепится винтом *3* к основанию так, чтобы резиновое основание не поворачивалось при вращении установочного винта.

Для ультрамикровесов рекомендовано амортизационное приспособление, показанное на рис. 244. Оно состоит из чугунного основания *1*, на шпильки *2* которого наложена пропитанная битумом войлочная прокладка *3*. На нее укладывают чугунную плиту *5*, имеющую шпильки *4*. Все приспособление с боков закрывается кожухом *6*.

Нередко аналитические весы устанавливают не на отдельных полках с кронштейнами, а на длинных пристенных столах или полках. При таком размещении весов нельзя добиться правильной установки их и точного взвешивания, так как нагрузка на столешницу не везде будет одинакова. Это особенно хорошо можно наблюдать при работе на аналитических демпферных весах с вейтографом.

Аналитические весы устанавливают так же, как и весы для точного взвешивания.

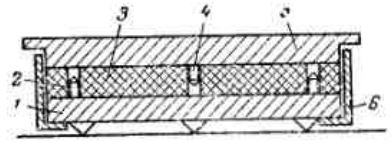


Рис. 244. Амортизационное приспособление к ультрамикровесам:
1 — чугунное основание; *2, 4* — шпильки; *3* — прокладка; *5* — чугунная плита; *6* — кожух.

Для предупреждения вредного влияния сотрясений при взвешивании на аналитических весах, особенно же на микровесах, вместо подкладок под каждую ножку следует помещать диск из полиэтилена диаметром 40 *мм* и толщиной 6 *мм*, зажатый между такими же дисками из свинца. Полиэтилен обладает значительным преимуществом перед другими материалами, применяемыми для гашения вибрации (пробка, войлок, резина и пр.).

На рис. 245 приведена схема антивибрационного стола, конструкция которого разработана в ЦНИИЧермет. Этот стол хорошо гасит вибрацию и позволяет работать с аналитическими весами даже вблизи мест, подвергающихся сотрясению в результате работы тяжелых машин. На каждом таком столе можно установить только одни аналитические весы. Верхняя плита этого устройства, на которой установлены весы, как бы подвешена, и поэтому все колебания или вибрации легко гасятся.

Аналитические весы всегда заключают в застекленный футляр-витрину с поднимающейся передней и двумя открывающимися боковыми стенками. В такие же футляры часто помещают и технохимические весы.

Когда весами не пользуются, все дверки их должны быть закрыты.

В весовую комнату не должны попадать пары кислот или других вредных веществ. Воздух весовой комнаты должен быть совершенно чистым. *Аналитические весы устанавливают стационарно, и переносить их с места на*

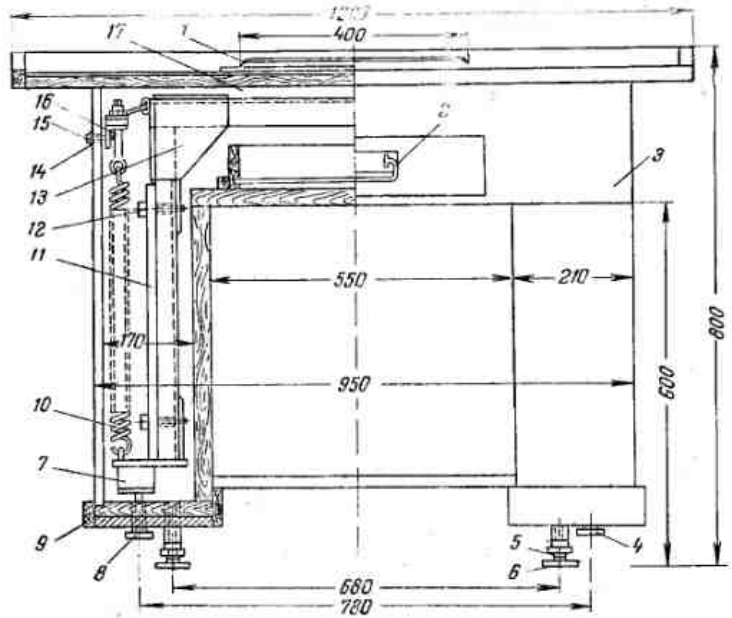


Рис. 245. Антивибрационный стол (ЦНИИЧермет):
1 — верхняя плита; *2* — ручка; *3* — кожух стола; *4, 6* — подъемные винты; *5* — подкладка; *6* — винт-ножка; *7* — виброизолятор; *9* — планка; *10* — пружина; *11* — груз; *12* — болт; *13* — стол; *14* — шайба; *15* — винт; *16* — специальный болт; *17* — опорная плита.

место не рекомендуется. Для предохранения весов от пыли их полезно закрывать поверх футляра чехлами из плотной ткани.

Аналитические весы периодического качания

Аналитические весы дают возможность взвешивать с точностью до 0,0001 *г* или 0,0002 *г*. Разновесок меньше 0,01 *г* в обычном наборе аналитических разновесов не существует; их заменяет так называемый рейтер. Коромыс-

ло аналитических весов имеет шкалу с делениями от 0 до 100. На эти деления при помощи специального рычажного приспособления помещают рейтер.

Грузоподъемность аналитических весов обычно 200 *г*. Важнейшим качеством аналитических весов является их чувствительность и устойчивость, или постоянство показания.

Чувствительность зависит от положения центра тяжести коромысла по отношению к точке опоры ее, от массы самого коромысла, которое должно быть по возможности легким, от длины плеч коромысла и от расположения рабочих ребер призм, которые должны лежать на одной прямой.

Устойчивость, или постоянство показания, весов — очень важное условие, так как весами с неустойчивыми показаниями пользоваться нельзя.

Самой ответственной частью аналитических весов являются три призмы: средняя, на которую опирается коромысло при взвешивании, и две боковые, на которые опираются сережки с подвешенными к ним чашками.

Во время взвешивания наибольшую нагрузку несет средняя призма. Если весы не арретировать, то острые ребра всех трех призм от постоянного упора на подушки быстро затупятся и весы потеряют чувствительность.

Спереди к коромыслу весов прикреплена стрелка, качающаяся вместе с коромыслом при взвешивании. Внизу под стрелкой имеется шкала, разделенная на 20 делений. У некоторых весов на этой нижней шкале цифр, указывающих деления, нет. Тогда при взвешивании среднее деление шкалы принимают за «нуль» и ведут отсчет от него по числу делений вправо — со знаком плюс, влево — со знаком минус. Встречаются весы, у которых нуль стоит на середине шкалы и крайние деления имеют цифры 10. Иногда нуль помещен на крайнем правом делении, 10— посередине и 20— у крайнего левого деления шкалы.

Имеются конструкции аналитических весов периодического качания с автоматической нагрузкой разновеса или гирек.

Некоторые системы весов не имеют рейтера. Так, у весов с цепочкой рейтер заменен особым устройством, состоящим из ползунка со шкалой. Шкала нанесена на специальном столбике, расположенном около стойки. Снаружи, справа, в нижней части футляра весов, помещен штурвал

или ручка, при вращении которых ползунок передвигается вверх или вниз по шкале и изменяет длину висящей золотой цепочки. На ползунке имеется нониус, что дает возможность делать точный отсчет.

При пользовании весами с цепочкой облегчается запись результатов взвешивания и ускоряется сам процесс, так как вместо утомительного передвигания рейтера два последних знака находят при помощи ползунка.

Аналитический разновес. Для взвешивания на аналитических весах применяют специальный так называемый аналитический разновес (рис. 246), т. е. набор очень точ-

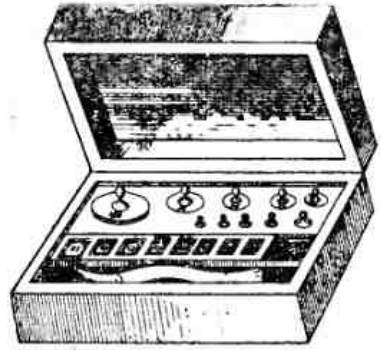


Рис. 246. Аналитический разновес.

ных гирь, собранных в особом футляре с крышкой. Футляр внутри выложен бархатом, чтобы предотвратить царапание гирь. Аналитические граммовые гири чаще всего бывают позолочены и реже покрыты никелем или хромом. Позолота лучше других покрытий предохраняет гири от окисления, а следовательно, и от изменения массы.

Для каждой гири в футляре имеется свое гнездо. Миллиграммовый разновес находится в специальных отделениях того же футляра, где для каждой миллиграммовой гири также отведено свое постоянное место. Эта часть футляра накрыта стеклом, которое снимают только при пользовании разновесом. В каждом футляре с разновесом обязательно должен быть пинцет с роговыми, костяными или пластмассовыми наконечниками. Применять стальной пинцет не рекомендуется, так как им можно поцарапать миллиграммовый разновес и этим изменить его массу.

Все гири аналитического разновеса можно брать только пинцетом, имеющим наконечники. Брать руками гири нельзя, так как даже малейшие следы грязи или жира, которые могут попасть с рук на гири, делают их неточными и поэтому непригодными для аналитической работы.

Каждый аналитический разновес снабжен паспортом, в котором указана номинальная масса гирь и их отклонения от истинной массы.

Аналитические разновесы имеют следующий набор гирь: 100 *г*, 50 *г*, 20 *г*, 10 *г*, 10 *г*, 5 *г*, 2 *г*, 1 *г*, 1 *г*, 1 *г* (иногда 2 *г*, 2 *г*, 1 *г*), 500 *мг*, 200 *мг*, 100 *мг*, 100 *мг*, 100 *мг* (иногда 200 *мг*, 200 *мг*, 100 *мг*), 50 *мг*, 20 *мг*, 10 *мг*, 10 *мг*, 10 *мг* (иногда 20 *мг*, 20 *мг*, 10 *мг*) и два рейтера, каждый массой по 10 *мг* (или 5 *мг*, в зависимости от системы весов).

При помощи аналитического разновеса массу можно определить только до второго десятичного знака после запятой. Третий и четвертый знаки после запятой находят при помощи рейтера. Рейтер делают из алюминиевой или стальной проволоки, он имеет форму двухзубчатой вилки с петлей наверху. За эту петлю рейтер захватывают двигающимся вдоль коромысла так называемым рейтерным приспособлением, ручка которого выведена наружу витрины сверху справа.

На коромысле весов имеется шкала с делениями. Шкала может быть двусторонняя, т. е. с нулем посередине и делениями 10 на концах правого и левого плеча, и односторонняя с нулем слева. В первом случае вправо и влево от нуля нанесено по 10 крупных делений. У каждого деления стоят цифры. Каждое крупное деление разделено в свою очередь на 5 или 10 мелких делений. Когда рейтер массой 10 *мг* помещен на крайнее, десятое, деление «10», нагрузка будет равна 0,01 *г*. Если же рейтер повесить на 1-е от нуля крупное деление, которое соответствует 0,1 длины коромысла, то он будет уравновешивать груз только в 0,001 *г*, так как $0{,}01 \times 0{,}1 = 0{,}001$ *г*. Таким образом, крупные деления шкалы соответствуют тысячным долям грамма, а мелкие — десятитысячным. Передвигая рейтер массой 0,01 *г* по рейтерной шкале, можно определить массу от 0,0001 до 0,01 *г*.

На односторонней рейтерной шкале крайнее левое деление обозначено нулем, крайнее правое обозначено 10. Расстояние между крайними делениями разделено на 10 крупных частей и каждая из них — в свою очередь на 10 мелких частей. Нумерация крупных делений идет от нуля до десяти слева направо. Рейтер таких весов весит 0,005 *г*, или 5 *мг*. Когда весы не нагружены, рейтер должен находиться на нулевом делении, т. е. его не снимают с коромысла, а лишь передвигают по шкале во время взвешивания. После окончания взвешивания рейтер снова помещают на нулевое деление шкалы. Очень часто на коромысле таких весов на месте делений сделаны зазубринки, для правильного положения рейтера.

Обращение с аналитическим разновесом должно быть крайне аккуратным. В нерабочем положении футляр разновеса должен быть обязательно закрыт.

Взвешивание на аналитических весах. Взвешивание на аналитических весах — ответственная работа, так как найденные массы являются исходными данными и ошибка взвешивания может повести к неправильным результатам анализа.

При каждом взвешивании прежде всего нужно посмотреть, правильно ли установлены аналитические весы и соблюдены ли все те условия, о которых говорилось выше. После этого проводят наблюдение за показанием весов; оно состоит в отсчете по шкале, имеющейся в нижней части колонки весов, крайних положений движущейся стрелки. По колебаниям ее высчитывают то среднее положение стрелки, которое она заняла, если бы весы пришли в состояние покоя.

При отсчете колебаний стрелки весов можно ограничиться наблюдением трех крайних остановок, причем первые два-три отклонения, после того как арретир открыт, не принимают во внимание. При отсчете положения стрелки крайнее правое деление шкалы принимают за нулевое; промежутки между делениями отсчитывают на глаз с точностью до десятой доли деления, что вполне возможно, в особенности если наблюдение вести с лупой.

Например, после первых трех не принимаемых во внимание колебаний стрелка останавливается на делениях:

$$l_1 = 5{,}2; \quad l_2 = 15{,}5; \quad l_3 = 5{,}4$$

Для определения среднего положения равновесия или «нуля» весов применяют формулу:

$$l_0 = \frac{l_1 + 2l_2 + l_3}{4}$$

Подставляя численные значения в эту формулу, получаем

$$l_0 = \frac{5{,}2 + 2 \cdot 15{,}5 + 5{,}4}{4} = \frac{41{,}6}{4} = 10{,}4$$

Таким образом, нуль весов будет находиться на делении шкалы «10,4».

В том случае, если нулевое деление находится в середине шкалы, в формуле определения нулевой точки значение удвоенного колебания влево берется со знаком минус.

Это положение нуля весов (определяемое перед каждым взвешиванием) необходимо записать; масса взвешиваемого предмета будет равна массе нагруженных разновесок только в том случае, когда при взвешивании стрелка весов будет находиться в положении равновесия (в данном случае на делении «10,4»).

Для проверки постоянства показаний весов (что делают один раз в два-три дня) повторно определяют нуль ненагруженных весов, применяя приведенную выше формулу. Показания весов считаются устойчивыми, если отклонение в положении нуля весов не превышает 0,2 деления шкалы (например, 10,4 и 10,6).

Взвешивать можно только на проверенных аналитических весах, соблюдая все правила обращения как с весами, так и с разновесом.

Перед взвешиванием нужно также проверить, имеют ли весы плавный ход, т. е. плавно ли колеблется стрелка при медленном и спокойном опускании арретира. Часто наблюдается, что при опускании арретира стрелка резко отклоняется в какую-либо одну сторону; в большинстве случаев это связано с загрязнением весов. Пользоваться такими весами неудобно, и их нужно отдать в чистку специалисту.

Поднимать арретир нужно в тот момент, когда стрелка весов находится на середине шкалы. Помещать или снимать груз и разновески, а также перемещать рейтер по рейтерной шкале можно только при арретированных весах.

При взвешивании открывают боковые дверки, не поднимая передней. Открывать дверки и закрывать их можно только при арретированных весах. Во время взвешивания все дверки должны быть закрыты.

Взвешиваемый предмет следует класть на левую чашку весов, разновески—на правую. Поэтому разновес должен

всегда находиться с правой стороны весов. Как взвешиваемый предмет, так и гири с разновесками следует помещать на середину чашки. Взвешивать какие-либо вещества или предметы можно, только когда они имеют температуру, одинаковую с температурой весов. Поэтому взвешиваемый предмет, прежде чем ставить на чашку весов, следует выдерживать в весовой комнате около весов (обычно в в эксикаторе) 20—30 *мин*. Если этого не сделать, может получиться значительная ошибка при взвешивании.

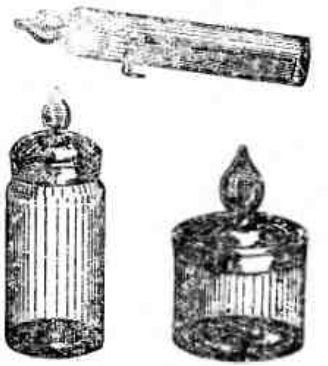


Рис. 247. Стаканчики для взвешивания (бюксы).

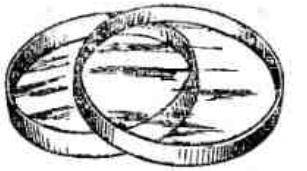


Рис. 248. Чашки Петри.

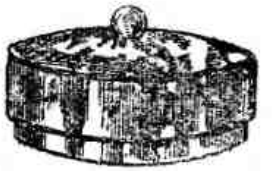


Рис. 249. Чашка Коха.

Взвешивать на аналитических весах *грузы более тяжелые, чем допускает предельная нагрузка весов* (обычно равная 200 *г*), *категорически воспрещается*.

При отсчете колебаний весов стрелка не должна отклоняться более чем на 5—6 делений от среднего положения.

При взвешивании на аналитических весах взвешиваемое вещество обязательно должно находиться в какой-либо таре: часовом стекле, стакане, тигле, бюксе (рис. 247), чашке Петри (рис. 248), чашке Коха (рис. 249). Масса тары должна быть предварительно определена на аналитических весах (т. е. с точностью до четвертого десятичного знака).

Прежде чем поставить на чашку весов какой-либо предмет, например колбу, стакан и т. п., их следует хорошо вытереть чистым сухим полотенцем, следя за тем, чтобы на донышках, соприкасающихся с чашкой, не оставалось никаких загрязнений.

Пористые и порошкообразные вещества, высушенные при нагревании или в эксикаторе, нужно взвешивать в закрытых сосудах (бюксах). Следует помнить, что твердое тело, размельченное до тонкого порошка, очень легко адсорбирует влагу из воздуха, а это всегда может отразиться на результатах взвешивания.

Все летучие вещества, в особенности такие, пары которых действуют на металлы (кислоты, иод и др.), а также все жидкости взвешивают на аналитических весах только в закрытой посуде: бюксах, колбах с притертыми пробками и т. д.

Для ускорения взвешивания на аналитических весах рекомендуется предварительно взвешивать навески на технохимических весах (с точностью до 0,1 *г*), чтобы знать их приблизительную массу. Этим также предотвращается перегрузка аналитических весов.

Иногда в футляр аналитических весов ставят небольшой стакан с водопоглощающим веществом, обычно хлористым кальцием. Применять концентрированную серную кислоту или другие жидкости нельзя, так как пары их могут оказать вредное действие на металлические части весов и даже вывести весы из строя. При особенно точных взвешиваниях стакан с водопоглотителем из футляра весов убирают.

Аналитические весы всегда должны быть в порядке. К весам полагается иметь специальную мягкую щетку или кисть, которыми следует смахивать пыль из футляра и с чашек весов. Касаться весов грязными руками совершенно недопустимо.

Аналитические весы следует периодически проверять, вызывая для этого специалиста или отдавая весы в специальные ремонтные мастерские.

При взвешивании на аналитических весах соблюдают следующий порядок работы:

1. *Помещают футляр с разновесом справа от весов, эксикатор или взвешиваемый предмет — слева.*

2. Проверяют состояние весов: чистые ли чашки, не оставлено ли на них что-нибудь, на месте ли находится рейтер. После этого *проверяют нулевую точку* и отмечают в тетради ее положение.

3. Открывают левую боковую дверку и ставят взвешиваемый предмет в *центр чашки весов*, после чего дверку снова закрывают.

4. Открывают правую дверку весов и приступают к взвешиванию, вынимая из футляра гирьки *обязательно при помощи пинцета* и помещая их на чашку весов или снимая их оттуда *только при арретированных весах*.

Гири помещают на чашку весов, начиная с самых крупных и ставя их в центр чашки только по одной; после каждой положенной гирьки открывают арретир и следят за отклонением стрелки; если стрелка сильно отклоняется влево — на правую чашку положены лишние гирьки; в этом случае гирю, положенную последней, удаляют и на ее место помещают следующую за ней меньшей массы. Если стрелка весов сильно отклоняется вправо — масса положенных гирь недостаточна и к ним добавляют следующую по порядку из находящихся в футляре для разновеса. Так поступают до тех пор, пока на чашку не будет положена последняя из находящихся в футляре разновесок.

Если при какой-то нагрузке стрелка отклоняется незначительно в ту или иную сторону, закрывают правую дверку и определяют нуль весов при данной нагрузке, как указано выше. Если нуль оказывается сдвинутым влево — нагрузка велика; в этом случае последнюю положенную гирю удаляют, а на ее место кладут следующие меньшие. Если же нуль сдвинут несколько вправо и в то же время при дополнительной нагрузке в 0,01 *г* (самая мелкая разновеска) нуль весов сдвигается влево, дальнейшее уравновешивание проводят при помощи рейтера.

Для этого закрывают правую дверку, помещают рейтер на деление коромысла «50» и снова наблюдают нуль весов. В зависимости от сдвига его вправо или влево, передвигают рейтер.

Пример. Предварительно определенный нуль весов находится на делении «10,5»; при помещении рейтера на деление «30» нуль весов находится на делении «8,5», а при нахождении рейтера на делении «40» нуль весов перемещается на деление «13,5». Приведенные данные показывают, что передвижение рейтера на 10 делений сдвигает нуль весов на 5 делений; следовательно, передвижение рейтера на одно деление сдвинет нуль весов на 0,5. Отсюда простым расчетом можно найти, что для перемещения нуля весов с деления «8,5» на деление «10,5» рейтер должен быть передвинут с деления «30» на 4 деления вправо, т. е. на деление «34». Помещают рейтер на это деление и снова определяют нуль весов. Если наблюдается несовпадение нуля с исходным, рейтер, в зависимости от смещения нуля, передвигают на одно деление вправо или влево.

5. Когда взвешивание закончено, найденную массу *вначале проверяют по пустым гнездам в футляре* для разно-

веса. Так как каждая гиря имеет свое определенное место, подсчитать массу вынутых из футляра гирь не составляет труда. Затем, открыв правую дверку весов, снимают гири, проверяя еще раз сумму их масс; наконец, снимают рейтер с рейтерной шкалы и отводят рычаг с рейтером влево. Правую дверку закрывают.

6. Открывают левую дверку весов и вынимают взвешиваемый предмет, после чего дверку снова закрывают. Проверяют еще раз, не осталось ли чего-нибудь на чашках, не загрязнены ли они и снят ли рейтер.

7. *Футляр с разновесом должен быть закрыт, когда не проводится взвешивание.* Все гири и мелкие разновески должны лежать в отведенных для них гнездах.

Запись результатов взвешивания показывает, с какой точностью оно было сделано. Так, если, например, масса бюкса записана «9,5 *г*»,— взвешивание было произведено на весах для грубого взвешивания; если масса бюкса записана «9,50 *г*» или «9,500 *г*»,— взвешивание было проведено на точных или технохимических весах. Если же масса записана «9,5000 *г*»,— взвешивание было проведено на аналитических весах. Следовательно, количество знаков после запятой должно показывать, с какой точностью и на каких весах было проведено взвешивание.

В том случае, когда массу нужно определить с возможно большей точностью, необходимо вводить поправку на подъемную силу воздуха*, которую определяют по уравнению:

$$\Delta m = m_v \left[\frac{\rho_a (\rho_b - \rho_w)}{\rho_b (\rho_w - \rho_a)} \right]$$

где m_v— измеренная масса навески;

ρ_a — плотность воздуха;

ρ_b — плотность материала разновесок;

ρ_w — плотность материала навески.

Введение поправки особенно необходимо, когда плотности взвешиваемого материала и разновесок значительно различаются.

Рассчитанную поправку или прибавляют, или вычитают из массы взвешиваемого тела в зависимости от того, больше или меньше его плотность по сравнению с плотностью материала разновесок.

* Ulbricht H., Chem. Ztg., 79, № 7, 201 (1955); РЖхим, 1955, № 23, 241, реф. 55266.

С еще большей точностью можно определить массу взвешиваемого тела, если учесть влияние температуры и давления на плотность воздуха. В этом случае для определения истинной массы («массы в пустоте») следует пользоваться графиком* (рис. 250), рассчитанным для температуры от

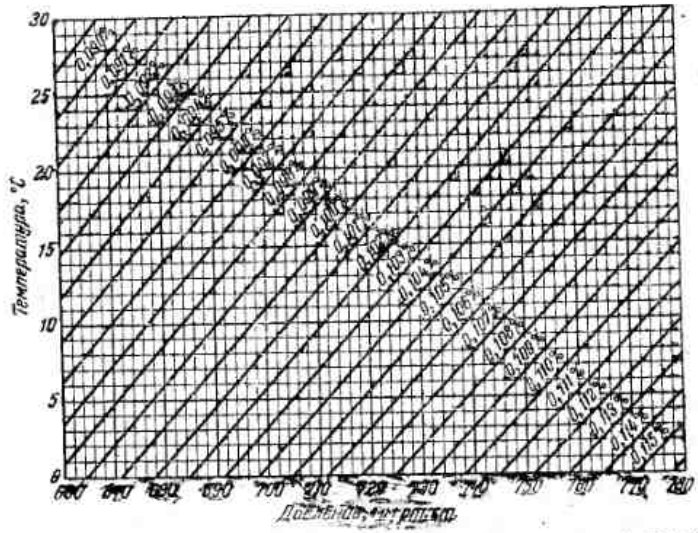


Рис. 250. График для внесения поправок на температуру и давление при взвешивании на аналитических весах.

0 до 30 °С и давления 660—780 *мм рт. ст.* График построен на основе формулы:

$$W_v = W_a(1 + C')$$

где W_v — истинная масса;

W_a — кажущаяся масса в воздухе;

$$C' = \rho_a \left(\frac{1}{\rho_b} - \frac{1}{\rho_w} \right).$$

График составлен для латунных гирь, при условии что $\rho_w = 8{,}4$ *г/см*^{3}, $\rho_a = 1$ *г/см*^{3} (относительная влажность воздуха 50%

* Подробнее об этом графике см. Faure P. K., Gledhill I. A., Analyt. Chem., 30, № 7, 1304 (1958).

Для латунного разновеса и веществ с плотностью меньше 1 *г/см*³ поправку вычисляют по формуле:

$$C = C_1 \left(\frac{1,1351}{\rho_b} - 0,1351 \right)$$

где $C_1 = 0,881\ \rho_a$.

Для того же разновеса и тел с плотностью больше 1 *г/см*³ применима формула:

$$C_w = C_1 \left(1.1351 - \frac{1,1351}{\rho_w} \right)$$

При изменении относительной влажности воздуха для температуры больше 20 °С ошибка меньше 0,0005% и 0,001% для всей области температур, охватываемой графиком.

Пример. Рассмотрим такой случай:

Масса навески в воздухе	763,275 *г*
Температура воздуха	20°С
Давление воздуха	710 *мм рт. ст.*
Поправка, найденная по графику . . .	0,099% (т. е. 0,1—0,001)

Вычислим эту поправку:

0,1% от 763,275 составляет	0,763
—0,001% от 763,275 составляет	—0,008
Итого	+0,755 *г*

Истинная масса:

$$763,275 + 0,755 = 764,030\ г$$

Аналитические весы апериодического качания

Аналитические весы с периодическим качанием стрелки имеют тот недостаток, что затухание колебаний коромысла происходит очень медленно. Поэтому взвешивание на них обычно занимает много времени и оно очень утомительно. Значительно совершеннее весы с апериодическим качанием стрелки, на которых взвешивание проводится намного скорее, так как они имеют приспособление для воздушного или магнитного торможения колебаний коромысла и стрелки.

Аналитические весы с апериодическим качанием стрелки бывают обычные и полуавтоматические, с верхним и нижним размещением демпферов, представляющих собой широкие цилиндры, прикрепленные или к дужке, или к чашке весов. Они свободно двигаются внутри других полых цилиндров, неподвижно укрепленных на колонке, как, например, у весов АД-200 (рис. 251).

При нарушении равновесия, когда одна чашка весов опускается, свободно движущийся цилиндр ее входит в

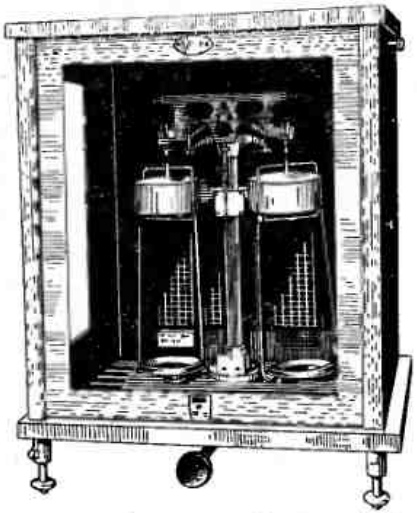


Рис. 251. Аналитические демпферные весы АД-200 (с верхним демпфером).

в неподвижно укрепленный цилиндр, воздух в котором сжимается и стремится выйти через узкую щель, образующуюся между цилиндрами. Вследствие этого создается воздушная подушка, тормозящая колебания коромысла, и стрелка весов быстро приходит в состояние равновесия. При ненагруженных весах или при уравновешенных чашках стрелка коромысла (благодаря демпферу) сразу показывает нулевую точку. Это значительно облегчает и ускоряет взвешивание.

Чувствительность любых весов выражается нагрузкой в миллиграммах, вызывающей отклонение стрелки весов на одно деление. Таким образом, чем меньше деления шкалы, тем меньше груз, вызывающий отклонение стрелки на одно деление, и тем чувствительнее весы. Для облегчения отсчета по очень мелкой шкале современные весы оборудуют специальными приспособлениями, представляющими собой или вогнутое зеркало, или микроскоп, увеличиваю-

щими стрелку и деления шкалы. У весов с вогнутым зеркалом, кроме обычной шкалы, имеется еще вторая микрошкала, у которой деления равны 0,2 деления обычной шкалы. Отражение малой шкалы в вогнутом зеркале увеличено в пять раз, что дает возможность наблюдать очень незначительные отклонения стрелки. У весов с микроскопом имеется микрошкала, разделенная на 100 частей, с делениями в 0,1 *мм*.

Весы с апериодическим качанием стрелки имеют рейтер массой 5 *мг*. В нерабочем положении рейтер должен находиться на нулевом делении шкалы. После взвешивания рейтер возвращают на это же место.

Порядок и правила взвешивания на весах апериодического качания, а также разновес к ним совершенно такие же, как и для обычных весов.

Полуавтоматические весы

Все системы полуавтоматических весов снабжены приспособлениями для механической нагрузки гирь. Имеются весы с кнопочным управлением нагрузки, с лимбами, с цепочкой и др. В лабораториях чаще всего встречаются полуавтоматические весы с цепочкой и с лимбами.

Более совершенной моделью полуавтоматических весов являются весы апериодического качания с вейтографом АДВ-200 (рис. 252). Работа на апериодических обычных весах с вогнутым зеркалом или с микроскопом все же утомляет глаза. При помощи же вейтографа наблюдатель видит не перемещение стрелки вдоль делений шкалы, а перемещение микрошкалы около неподвижной отсчетной линии. Если отрегулировать весы таким образом, чтобы одно деление микрошкалы соответствовало 0,1 *мг*, то можно без напряжения наблюдать отклонения, равные 0,1 *мг* и меньше.

Перед взвешиванием подключают весы через трансформатор к осветительной сети. Затем поворачивают штурвал арретира и наблюдают перемещение освещенной шкалы. Если нуль шкалы совпадает с отсчетной линией, можно приступать к взвешиванию. Если же не совпадает, то небольшим вращением головки корректора, находящегося немного выше штурвала арретира, добиваются совпадения их. Открыв левую дверку витрины, на чашку весов помещают взвешиваемый предмет, после чего дверку за-

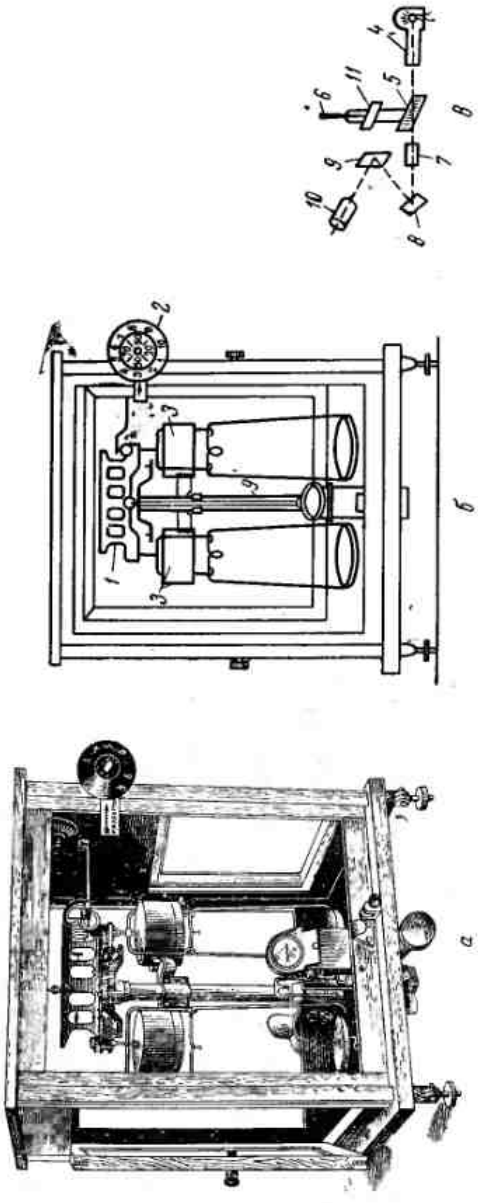


Рис. 252. Полуавтоматические весы апериодического качания с вейтографом АДВ-200:
а — общий вид; *б* — схема; *в* — ход светового луча; *1* — плечо коромысла; *2* — лимбы с делениями; *3* — демпферы; *4* — источник света; *5* — микрошкала; *6* — стрелка; *7* — увеличитель; *8, 9* — зеркала; *10* — матовый экран; *11* — макрошкала.

крывают. На середину правой чашки весов накладывают обычным способом гири из разновеса к весам АДВ-200, не имеющего миллиграммовых гирек. За показанием весов наблюдают, открыв арретир. Если микрошкала на экране перемещается влево от отсчетной линии, взвешиваемое тело тяжелее гирь, положенных на правую чашку. Арретир закрывают и накладывают новые гири.

Для того чтобы облегчить работу, взвешиваемый предмет следует предварительно взвесить на технохимических весах с точностью до второго знака после запятой, т. е. до сотых грамма.

Когда последняя гиря в 1 *г* будет избыточной, ее снимают и приступают к автоматическому накладыванию миллиграммовых гирь с помощью лимба. Сбоку от лимбов имеется неподвижный указатель со стрелкой. На наружном лимбе нанесены деления от 0 до 9. Каждое деление соответствует нагрузке в 100 *мг*. Таким образом, при помощи наружного лимба можно подобрать только сотни миллиграммов, т. е. когда последняя кольцевая гиря окажется избыточной (указатель лимба стоит, например, против деления «6»), ее снимают (указатель—против деления «5») и приступают к подбору кольцевых гирь при помощи внутреннего лимба, по окружности которого стоят цифры от «00» до «90». При помощи этого лимба накладывают гири массой от 10 до 90 *мг*, т. е. находят второй знак после запятой. Когда последняя гиря окажется избыточной (указатель лимба, например, против деления «80»), внутренний лимб переводят на одно деление назад (указатель против деления «70») и дают весам успокоиться. На световой шкале видно, какое деление шкалы совпало с неподвижной линией.

Например, эта линия оказалась на шестом делении между цифрами «+3» и «+4». Первая цифра со знаком «+» дает третий знак после запятой, а деления между этими цифрами дают четвертый знак. Таким образом, в нашем примере после запятой будет 0,5736 *г*—«5» на наружном лимбе, «70»— на внутреннем лимбе и «+36» — на освещенной шкале.

Однако окончательный результат взвешивания может быть определен и в том случае, если на световой шкале будут цифры меньше «—10». В таком случае из показаний на лимбах вычитают отсчет по освещенной шкале. Например, если в рассматриваемом случае против указателя

оставить цифру «80» внутреннего лимба, то тогда освещенная шкала покажет «—64» и окончательный результат взвешивания будет получен, если из 0,5800 вычесть 0,0064, т. е. 0,5800—0,0064=0,5736 *г*.

Однако лучше работать с помощью части шкалы с плюсовыми делениями, так как этим облегчается отсчет.

Автоматические весы для быстрого взвешивания (экспрессное взвешивание)

Новейшие модели аналитических весов представляют собой одноплечие электромагнитные автоматические весы системы Меттлера. Они бывают нескольких типов: аналитические грузоподъемностью до 200 *г* точностью взвешивания до 0,1 *мг*, полумикрохимические грузоподъемностью до 100 *г* и точностью 0,01 *мг*, микрохимические грузоподъемностью до 20 *г* и точностью до 0,001 *мг* и др.

Весы требуют специальной юстировки и имеют большую массу. Операция взвешивания на таких весах очень проста

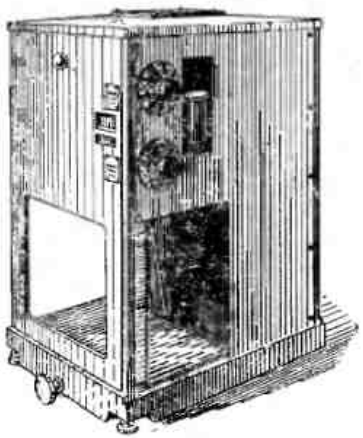


Рис. 253. Аналитические одноплечие весы ВАО-200.

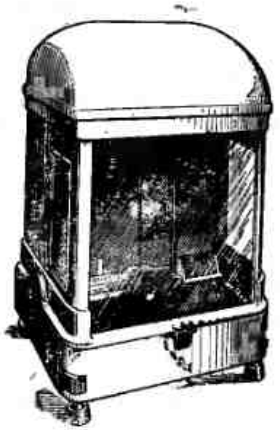


Рис. 254. Аналитические равноплечие одночашечные весы А-200.

и занимает не больше 15 *сек*. Взвешиваемый предмет помещают на чашку весов, закрывают дверцу, включают весы и через 10—15 *сек* на шкале весов появляются цифры, указывающие массу взвешиваемого тела.

Взвешивание на таких весах исключает ошибку, зависящую от работающего.

Аналитические одноплечие весы ВАО-200 (рис. 253) очень просты в работе. Взвешивание на таких весах полностью автоматизировано и производится без разновеса. Передний штурвал (арретир) весов предназначен для включения их. Боковыми лимбами подбирают гири. Показания массы появляются на табло.

Кроме весов АДВ-200 и ВАО-200 завод «Госметр» (Ленинград) выпускает весы А-200 (рис. 254). По своей конструкции эти весы представляют собой равноплечие одночашечные весы. Наложение гирь на них полностью механизировано. Показания весов отсчитывают по счетчику и оптической шкале, рассчитанной на 100 *мг* и снабженной нониусом. Отсчет 3-го и 4-го знаков делают по нониусу, цена одного деления которого составляет 0,1 *мг* при цене одного деления шкалы 1 *мг*.

Полумикровесы

Аналитические весы для полумикроанализа бывают таких же конструкций, как и описанные выше аналитические весы, т. е. периодического качания, апериодические, одноплечие и т. д. Отличие у них заключается лишь в грузоподъемности и чувствительности. Все системы полумикровесов имеют грузоподъемность 100 *г* и чувствительность 0,01 *мг*, причем пятый знак отсчитывают по микрошкале, расположенной в нижней части станины микровесов.

Все требования к установке полумикровесов, правила взвешивания на них и ухода за ними такие же, как и для других весов.

Микрохимические весы

Микрохимические весы предназначены для разнообразных микрохимических исследований; при небольшой грузоподъемности, обычно в 20 или 30 *г*, обладают точностью до 10^{-6} *г* или 0,001 *мг**.

Подобно обычным, аналитическим, микрохимические весы бывают периодические или свободно качающиеся; апериодические с воздушным торможением и одноплечие электромагнитные с противовесом для быстрого взвешивания.

* 0,001 *мг* равен 1 *мкг*, или 1 γ.

Аналитические микрохимические весы периодического качания

Весы рассматриваемого типа (рис. 255) обладают точностью до 0,001 *мг* при грузоподъемности 20 *г*.

Особое расположение призм и жесткая конструкция коромысла обеспечивают одинаковую чувствительность как нагруженных весов, так и ненагруженных.

Принципиально микрохимические весы имеют ту же конструкцию, как и аналитические весы периодического качания.

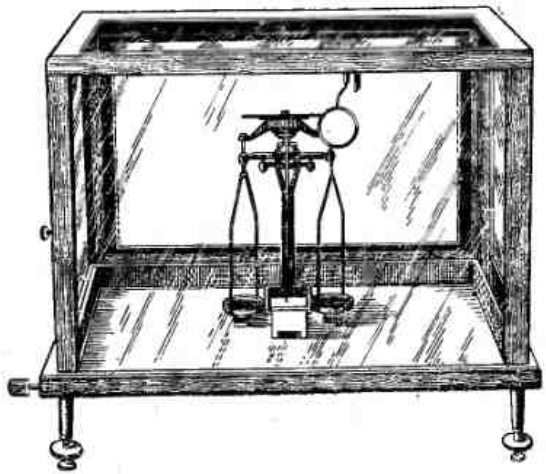


Рис. 255. Аналитические микрохимические весы периодического качания.

Рейтер микрохимических весов имеет массу 5 *мг*; взвешивание всегда проводят с насаженным рейтером. Перемещение рейтера на одно деление соответствует нагрузке 0,1 *мг* (0,0001 *г*), а если рейтер поместить на деление «100», нагрузка будет равна 10 *мг* (0,1 × 100 = 10). Следовательно, у микрохимических весов, как и у обычных аналитических, отсчет миллиграммов (0,001 *г*) и десятых долей миллиграмма (0,0001 *г*) делают по положению рейтера на рейтерной шкале коромысла.

Сотые и тысячные доли миллиграмма отсчитывают по шкале, имеющейся в нижней части станины весов и увеличенной при помощи лупы или вогнутого зеркала. Величи-

на отклонения стрелки находится в определенном соотношении с делениями на рейтерной шкале коромысла. При перемещении рейтера на одно деление вправо стрелка отклоняется на 10 делений влево, а при перемещении рейтера на одно деление влево стрелка отклоняется на 10 делений вправо. Это соотношение между перемещением рейтера и отклонением стрелки дает возможность делать отсчет сотых и тысячных долей миллиграмма. Отклонение на 10 делений соответствует нагрузке 0,1 *мг*. Следовательно, отклонение на одно деление будет соответствовать нагрузке 0,01 *мг*. Если расстояние между двумя делениями шкалы мысленно разделить на 10 частей, то одной десятой деления будет соответствовать нагрузка 0,001 *мг* (1 *мкг*), принимаемая за единицу. Сотые доли миллиграмма, следовательно, отсчитывают непосредственно на шкале по величине отклонения, а тысячные доли миллиграмма — на глаз.

Учитывая, что взвешиваемый предмет всегда находится на левой чашке весов, отклонение стрелки направо считают положительным, а налево — отрицательным. Положительные отклонения прибавляют к показанию рейтерной шкалы, а отрицательные — вычитают. Например, рейтер находится на пятом делении от цифры 5 на рейтерной шкале, т. е. показывает 5,5 *мг*. При этом колебания стрелки следующие:

Направо	+52	+48	+44
Налево	—28	—24	—20
Отклонение	+24	+24	+24

Следовательно, масса равна 5,5 + 0,024 = 5,524 *мг*. Если при том же положении рейтера колебания:

Направо	+41	+38	+35
Налево	—50	—47	—44
Отклонение	—9	—9	—9

то масса равна 5,5—0,009 = 5,491 *мг*.

Установка микровесов. При установке микровесов требуется соблюдение тех же правил, которые были описаны выше для обычных аналитических весов. Однако микровесы особенно чувствительны ко всякого рода сотрясениям и температурным воздействиям. Поэтому их нужно защищать от сквозняков и всякого нагревания. Нельзя допускать очень низкой влажности воздуха, в подобных случаях

полезно в весовой комнате держать или тарелки, или же фарфоровые кюветы с водой.

Полы в весовой должны быть натерты воском или маслом, что предотвращает пыление.

Весы следует устанавливать на столе так, чтобы они находились от стены на расстоянии не больше 12—15 *см*. Перед установкой коромысла основная плита весов должна быть поставлена строго горизонтально, что проверяют по отвесу или с помощью ватерпаса.

Сборку весов обычно начинают, насаживая рейтер на крючок, причем это можно делать только при помощи пинцета. Рейтер следует предварительно очистить мягкой кисточкой от приставшей к нему пыли. Затем на большой и указательный пальцы надевают напалечники из замши и помещают на свое место коромысло, сережки и чашки. Все эти операции проводят при арретированных весах. Коромысло перед установкой также следует предварительно обмахнуть кисточкой, а среднюю и обе боковые призмы и площадки тщательно вытереть замшей, натянутой на пинцет или маленький шпатель.

Сережки весов нужно помещать строго по меткам, имеющимся на сережке и на конце перекладины колонки. Обычно меткой служат точки (одна и две) или цифры. К сережкам подвешивают чашки, причем чашку, имеющую крючки, подвешивают на левую сторону. Собранные весы нужно оставить в покое не менее чем на 1 *ч* и только после этого проверить нулевую точку.

Нулевая точка. Для проверки нулевой точки рейтер помещают на нуль рейтерной шкалы и открывают арретир. Если при колебании стрелка отклоняется вправо и влево лишь на 2—3 деления шкалы, весы оставляют так, как они есть. Если же отклонение больше, нужно осторожно отрегулировать нулевую точку при помощи регулировочной гайки. Касаться гайки рукой нельзя, поэтому ее следует поворачивать только пинцетом. При вращении гайки по часовой стрелке нулевая точка передвигается направо, а при вращении гайки против часовой стрелки — налево.

Однако на микрохимических весах можно взвешивать и в том случае, если нулевая точка не находится на нуле. Это допускается потому, что микрохимические весы очень чувствительны к влиянию температуры, вызывающей смещение нулевой точки. Например, если рейтер находится на нуле рейтерной шкалы, а весы дают отклонение —23,

то в момент взвешивания эта точка принимается за нуль. В данном случае пользоваться гайкой для регулирования нулевой точки нет необходимости. При нормальных условиях бывает достаточным, если отклонение стрелки не превышает 4 делений шкалы. В том случае, если отклонение вправо будет доходить до 6—10 делений шкалы, рейтер переставляют на первую зарубку вправо от нуля. Это приведет к тому, что отклонение влево будет меньше 4 делений шкалы. При непродолжительных перерывах между двумя взвешиваниями проверять нулевую точку не обязательно.

Однако если между взвешиваниями проходит несколько часов, то проверять нулевую точку нужно. Если при повторном взвешивании нулевая точка передвинулась вправо, например на *а* делений, из полученной массы вычитают поправку в микрограммах, т. е. $10 \cdot a$, а если нулевая точка передвинулась влево, то прибавляют эту же величину.

Чувствительность микрохимических весов. Чувствительность микрохимических весов выражают суммой отклонений стрелки вправо и влево при перенесении рейтера на одно деление вправо. Так, если при определенном положении рейтера весы дают отклонение +50 делений, а когда рейтер будет передвинут на одно деление направо, отклонение будет —50 делений, говорят, что чувствительность весов равна 100. Если сумма отклонений составит 95—99 делений, то это на точности взвешивания почти не отразится. Если же сумма отклонений, или чувствительность, будет меньше указанной, то следует вводить поправку, для вычисления которой сначала записывают отсчеты, например:

				Среднее
Нулевой отсчет	+12	+11	+12	+12
Отсчет при положении рейтера на делении 0,1	—78	—78	—78	—78
Чувствительность	90	89	90	90

Отсюда единица отсчета равна 100 : 90, т. е. 1,11.

Перевод единиц отсчета в микрограммы:

Единица отсчета	1	2	3	4	5	10	15	20	25	30	40	50
Число микрограммов	1	2	3	4	5	11	17	22	28	33	44	55

Если чувствительность весов понизится очень сильно, их следует выверить заново, для чего лучше пригласить специалиста.

Утомляемость микрохимических весок. При взвешивании на микрохимических весах нужно учитывать их так называемую утомляемость, или уменьшение амплитуды при последовательных колебаниях стрелки. Исправные весы имеют очень малую утомляемость, причем она равномерна и в среднем для двух последовательных колебаний в одну сторону равна 0,3—0,4 деления шкалы. Если весы обладают утомляемостью, превышающей приведенную, это указывает на какую-то неисправность в них, которую надо обязательно устранить.

Взвешивание на микрохимических весах. Особенностью взвешивания на микрохимических весах является то, что оно всегда производится по разности, т. е. путем вычитания из массы вещества с тарой массы тары. Чтобы избежать ошибок вследствие неточности разновесок, при взвешивании какого-либо вещества или предмета по возможности пользуются только рейтером, из разновесок применяют только мелкие —10 *мг*, 20 *мг* и 50 *мг*. Приборы или посуда, которыми пользуются при взвешивании, должны иметь массу, не превышающую половины грузоподъемности весов, т. е. 10 *г*. Эти сосуды всегда тарируют. В зависимости от величины прибора или посуды тарой служит обычно или кусок алюминиевой проволоки, или склянка с дробью. При всех взвешиваниях на правую чашку весов помещают тару, соответствующую взвешиваемому телу. Тару подготавливают следующим образом. Прибор или сосуд помещают на левую чашку, а соответствующую склянку — на правую. Рядом со склянкой кладут крупную дробинку и, слегка опуская арретир (не полностью, на одну четверть оборота), убеждаются, что прибор или посуда перевешивают. Затем в склянку опускают одну за другой крупные дробинки, каждый раз проверяя, не уравновесился ли прибор или посуда. Если после добавки последней крупной дробинки окажется, что склянка с дробью уже перевешивает, с чашки снимают первую дробинку, лежащую рядом со склянкой. Вместо снятой крупной дробинки рядом со склянкой помещают очень маленькую дробинку и затем продолжают тарировать этими маленькими дробинками. В тот момент, когда последняя маленькая дробинка окажется уже лишней, с чашки снимают дробинку и приводят весы в равновесие с помощью рейтера. Если при этом рейтер будет находиться близко к нулю, то прибор или посуда тарированы правильно. Если рейтер находится на боль-

шом расстоянии от нуля, то в склянку прибавляют понемногу кусочки фольги и добиваются такого положения, чтобы рейтер был близко от нуля.

Если для тарирования пользуются алюминиевой проволокой, прибор или посуду вначале тарируют на технохимических весах, используя такой отрезок алюминиевой проволоки, который только немного перевешивал бы взвешиваемое тело. После этого переносят взвешиваемое тело и тару на микрохимические весы и понемногу подпиливают проволоку, пока она не станет на 1—2 *мг* легче тарируемого тела.

Применение тары значительно облегчает работу и способствует увеличению точности взвешивания. Тару следует сохранять в витрине весов с тем, чтобы она была защищена от загрязнения пылью и всегда имела ту же температуру, что и весы.

Когда микрохимическими весами пользуются несколько человек, в витрине может скапливаться большое количество тарированных сосудиков, что нежелательно. Поэтому нужно, чтобы приборы и посуда, применяемые при микрохимических работах, имели массу, близкую к массе гирь в 1, 2 и 5 *г*, имеющихся в разновесе для микрохимических весов. Тогда вместо тары можно пользоваться гирями разновеса.

При взвешивании следует помнить, что даже незначительное нагревание весов обычно приводит к смещению нулевой точки, в результате чего нарушается правильность колебаний стрелки весов и затрудняется правильное определение отклонения. Поэтому, если весы длительное время стояли с закрытыми дверками, их следует проветрить, чтобы температура внутри витрины уравнялась с температурой весовой. Достаточно, если весы будут стоять с открытыми дверками 15 *мин*. Чтобы избежать даже незначительного нагревания, при взвешивании следует по возможности не держать руки в витрине весов. Поэтому накладывать разновески и тару нужно при помощи пинцета с костяными наконечниками. Кроме того, для накладывания взвешиваемых предметов на чашку весов пользуются щипцами, на концы которых надевают куски резиновой трубки соответствующего диаметра. Эти щипцы дают возможность ставить на весы и снимать с них любые предметы, не прикасаясь к ним руками, и не вводить последние в витрину весов.

Перед взвешиванием все предметы следует обтирать или замшей, или ватным тампоном, но так, чтобы на обтираемом предмете не оставалось волосков.

Все работы на весах на левой стороне весов обычно проводят левой рукой, поэтому и щипцы держат левой рукой. Только некоторые предметы и приборы подвешивают на крючки левой чашки весов при помощи правой руки. На правой стороне весов следует работать только правой рукой.

В нерабочем положении весы должны быть всегда заперты. Арретир спускают только перед самым отсчетом колебаний, после чего весы тотчас же арретируют снова. Арретир нужно опускать медленно, чтобы весы начали колебаться также медленно. Весы арретируют в тот момент, когда стрелка проходит через середину шкалы.

При навешивании рейтера на зарубки рейтерной шкалы коромысла нужно следить, чтобы он занимал самую низкую точку зарубки и висел прямо.

При отсчете колебаний нужно помнить, что утомляемость весов неодинакова при разных отклонениях стрелки. Отсчет лучше всего делать, если стрелка будет колебаться между вторым и шестым делениями шкалы (20—60 единиц). Но если отклонение очень велико, отсчет начинают уже с восьмого деления. Разница отклонений не должна быть больше пяти делений шкалы, равных 50 единицам измерения. Если она больше, рейтер переставляют на соседнюю зарубку вправо или влево, добиваясь того, чтобы разница отклонений стала меньше 50 единиц. Если разница отклонений равна точно 50 или немного меньше, рекомендуется передвинуть рейтер на одно деление, чтобы получить разницу отклонений и в другую сторону.

Ввиду того что не каждые микровесы обладают чувствительностью, равной точно 100, при перестановке рейтера обычно получается разница, например +48 и —46. В подобных случаях правильным считают меньшее численное значение.

Очень важно, чтобы при отсчете колебаний работающий не нагибался близко к весам и не держал голову близко к ним, так как при этом возможно нагревание весов от тела и дыхания, в результате чего может произойти смещение нулевой точки.

Колебания весов начинают отсчитывать справа и отмечают знаком плюс, записывая в тетрадь. Следующий отсчет

отмечают знаком минус и записывают его под первым. После двух-трех двойных колебаний вычисляют отклонение, записывая его в тетради, как указано выше. По записям сразу видно, остается ли отклонение постоянным или оно изменяется. В последнем случае отсчет следует повторить.

Разновес. Для микрохимических весов применяют особо точный разновес, который хранят в витрине весов. Поскольку все приборы и посуда тарируются, при взвешивании пользуются только мелкими разновесками в пределах до 100 *мг*. Обычно же пользуются, как указывалось, разновесками в 10, 20 и 50 *мг*.

Разновески следует часто проверять сличением между собой и с рейтером. Так, для проверки разновески в 10 *мг* ее помещают на левую чашку весов, а рейтер помещают на деление «10» рейтерной шкалы коромысла и наблюдают отклонение. При проверке 20 *мг* разновески ее помещают на левую чашку, на правую чашку кладут 10 *мг* и рейтер ставят на деление «10». При проверке 50 *мг* на правую чашку весов помещают две разновески по 20 *мг*.

Так как при проверке разновесок проводится абсолютное взвешивание, нужно принимать во внимание нулевую точку.

Самой ответственной является масса рейтера, по которой проверяют все другие разновески. Как уже упоминалось, масса рейтера должна быть равна точно 5 *мг*. Отклонение от номинальной массы не должно превышать 0,01 *мг*. Рейтер проверяют по нормальной разновеске в 5 *мг*.

Ошибки чаще всего вызываются неправильной массой гирь в 20 *мг*, которых в разновесе бывает две. При взвешивании одного и того же прибора или вещества всегда следует пользоваться одной и той же разновеской в 20 *мг*. Поэтому эти разновески следует пометить, чтобы избежать путаницы.

С разновесом для микрохимических весов обращаются так же, как с разновесом для аналитических весов.

Аналитические микрохимические весы апериодического качания

Принцип устройства апериодических микровесов совершенно аналогичен принципу устройства описанных выше обычных апериодических весов, отличие заключается в грузоподъемности и системе отсчета пятого и шестого знаков. Обычно апериодические микровесы бывают грузоподъемностью 30 *г* и с чувствительностью 0,001 *г*. На рейтерной шкале нанесено 101 деление (зарубки). Рейтер весит 5 *мг*; весы должны находиться в равновесии, когда рейтер стоит на нуле. Весы имеют демпферное устройство, расположенное в нижней части их (рис. 256).

Апериодические весы должны быть установлены строго горизонтально; их устанавливают по уровню. При неправильной установке микровесов поршни демпферов могут касаться стенок цилиндров, в которые они входят. Это приводит к так называемому «цеплянию», в результате которого стрелка во время плавного колебания может внезапно остановиться, показывая неправильный отсчет.

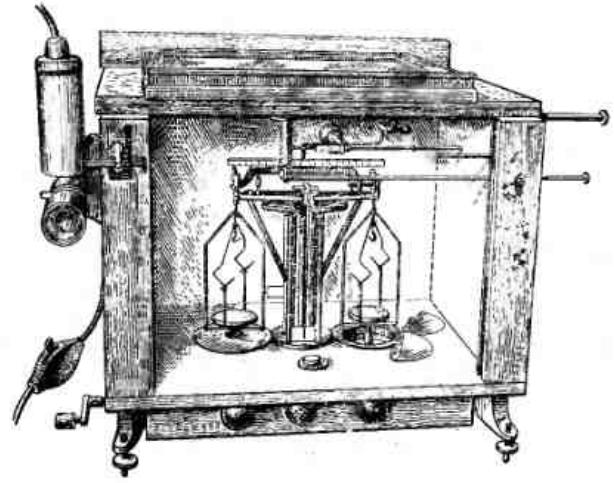


Рис. 256. Аналитические микрохимические весы апериодического качания.

Очень важно, чтобы взвешиваемые предметы и разновески на чашках весов находились в центре, т. е. нужно соблюдать правильное центрирование. Это важно потому, что перекос чашек в результате неправильного положения нагрузки (прибор или разновес) может вызвать сдвиг поршня, висящего на той же сережке. что и чашка. В результате этого сдвига также возможно «цепляние» и неправильное показание весов.

Для определения времени отсчета лучше всего пользоваться песочными часами на 1 или на 2 *мин*.

Пятый и шестой знак отсчитывают при помощи микроскопа, укрепленного на верхней части левой внешней стенки витрины весов. Микрошкала нанесена на стекле, находящемся в микроскопе. В окуляре микроскопа видна движущаяся вдоль шкалы тонкая черная линия (волосок). Положение волоска на микрошкале регулируют при помощи четырех винтов, расположенных попарно сверху и снизу на ящике, укрепленном на левой внешней стенке витрины весов. У микрошкалы нулевая черта находится посредине, а вправо и влево от нее имеется по 50 делений. При точном отсчете не рекомендуется пользоваться делениями шкалы, если отклонения стрелки превышают 5 делений от нуля в обе стороны. При бо́льших отклонениях стрелки увеличиваются ошибки взвешивания, вызываемые неравноплечностью весов и т. п.

Время от времени нужно проверять точность апериодических микровесов. Под точностью весов понимают воспроизводимость взвешивания одного и того же предмета вперемежку с определениями нулевой точки. Воспроизводимость выражают в единицах отсчета или микрограммах. При проверке сначала вычисляют средний отсчет, после чего — среднее отклонение от этого отсчета. Среднее отклонение переводят в микрограммы. Точность весов всегда немного меньше чувствительности их.

Все, что сказано выше о микровесах периодического качания, полностью относится и к апериодическим весам. Однако большим преимуществом апериодических микровесов является то, что время, затрачиваемое на взвешивание на них, значительно меньше, чем при взвешивании на весах периодического качания.

Разновес. К разновесу для апериодических весов требования такие же, как и к разновесу микровесов периодического качания.

Микроаналитические весы М-20

Завод «Госметр» (Ленинград) выпускает микроаналитические весы М-20 (рис. 257) грузоподъемностью 20 *г*. Это также равноплечие двухчашечные весы с механическим наложением встроенных гирь массой от 10 до 100 *мг* и рейтером массой 0,1 *мг*.

Весы снабжены оптической шкалой с нониусом. Цена деления оптической шкалы 0,02 *мг*, цена деления по нониусу 0,002 *мг*. Диапазон оптической шкалы составляет 1 *мг*.

Время успокоения весов 30—50 *сек*.

Большим достоинством весов является то, что коромысло отделено от чашек стеклянной полочкой, что предупреждает влияние разности температур и нагревание или охлаждение коромысла весов при помещении на чашки взвешиваемых предметов.

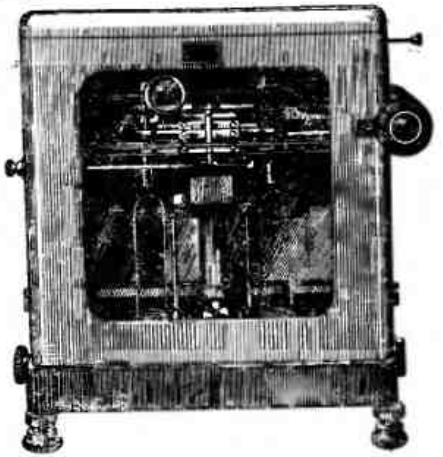


Рис. 257. Микроаналитические весы М-20.

Микрохимические одноплечие весы

Это весы для автоматического быстрого взвешивания с точностью до 1 *мкг*. Устройство их аналогично устройству описанных выше подобных же одноплечих аналитических весов. Значение массы получают автоматически через 10—15 *сек* после того, как взвешиваемый предмет помещен на чашку. Установка весов требует большой тщательности и проводится строго по уровню.

Электронные микровесы ЭМ-1

Весы ЭМ-1 (рис. 258) предназначены для точного взвешивания и автоматической регистрации изменения массы во времени. В основе конструкции весов лежит крутильное кварцевое коромысло.

Взвешиваемое вещество сначала грубо уравновешивают путем перемещения противовесов по коромыслу. Точ-

ное уравновешивание достигают путем закручивания торсионных нитей с помощью торсионной головки.

Предельная нагрузка весов 1 *г*.

Предельное непрерывно регистрируемое изменение массы — 1 *мг*, в пределах которого весы имеют четыре диапазона измерений: 1000, 500, 200 и 100 *мкг* с ценой деления 10, 5,2 и 1 *мкг* соответственно.

Весы снабжены магнитным успокоителем колебаний.

Питание электронного блока — от сети с напряжением 127 или 220 *в* и частотой 50 *гц*.

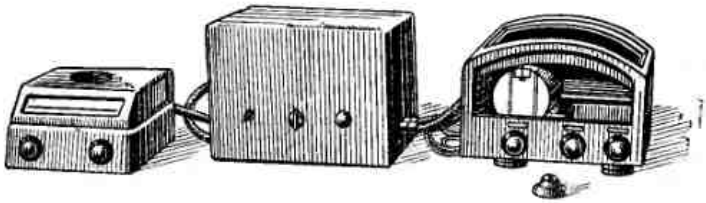


Рис. 258. Электронные микровесы ЭМ-1.

Кроме того, выпускаются электронные микровесы ЭМ-5-ДУ с предельной нагрузкой 5 *г*.

СПЕЦИАЛЬНЫЕ ВЕСЫ

В лабораторной практике часто применяют специальные весы, приспособленные для определенных работ. Так, имеются разновидности микровесов — так называемые пробирные весы. К этой же категории относятся и торзионные весы. Для некоторых работ применяют квадрантные весы. Специфическое применение находят так называемые термовесы, приспособленные для автоматической записи изменения массы при нагревании образца.

Довольно часто пользуются гидростатическими весами для определения плотности твердых и жидких тел (гл. 19 «Определение плотности»).

Квадрантные весы

Эти весы (рис. 259) менее точны, чем аналитические, но зато значительно ускоряют и упрощают процесс взвешивания. Ими удобно пользоваться при определении массы быстро высыхающих и улетучивающихся веществ.

Для взвешивания на этих весах гири не нужны. Показания массы непосредственно читают на шкале тотчас же после того, как на чашку весов положен груз.

Квадрантные весы называют также циферблатными, так как они имеют стрелку-указатель, передвигающуюся по шкале циферблатного типа.

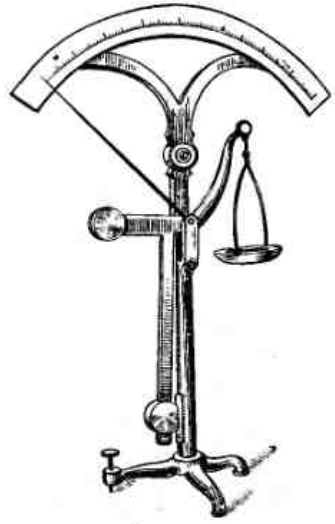


Рис. 259. Квадрантные весы.

Квадрантные весы имеют различную предельную нагрузку — от десяти до нескольких сотен граммов, причем чувствительность весов с увеличением нагрузки уменьшается.

Для того чтобы квадрантные весы давали верный и достаточно точный результат, перед взвешиванием нужно убедиться в правильной установке весов по отвесу или уровню, которыми весы снабжены. Если они стоят неправильно, их следует выровнять с помощью установочного винта. Затем проверяют положение стрелки указателя. У ненагруженных исправных весов стрелка-указатель должна стоять точно на нулевом делении шкалы. Если стрелка-указатель не стоит на нуле, весы можно отрегулировать установочным винтом.

Имеются специальные типы квадрантных весов, предназначенных для определенных целей. В этом случае на шкале весов нанесены значения не истинной массы, которую имеет взвешиваемый образец, а относительной. Так, для определения массы квадратного метра бумаги вырезают образец ее определенной площади и взвешивают на квадрантных весах, на шкале которых нанесены значения массы квадратного метра бумаги.

Пробирные весы

Эти весы применяют преимущественно для взвешивания незначительных по массе количеств драгоценных металлов в специальных пробирных лабораториях (отсюда название весов).

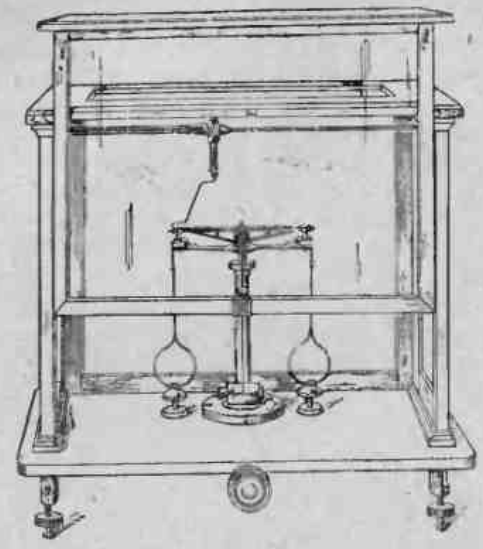


Рис. 260. Весы пробирные.

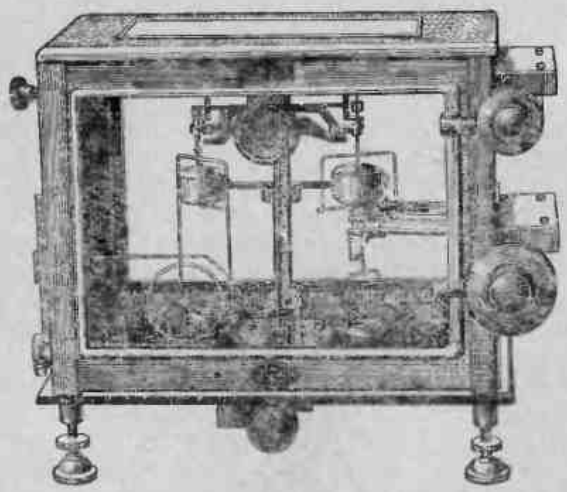


Рис. 261. Микроаналитические демпферные весы СМД-1000.

Пробирные весы (рис. 260) могут иметь нагрузку от 2 до 5 *г* и чувствительность от 0,01 *мг* до 0,005 *мг* (для весов с предельной нагрузкой 2 *г*). По конструктивному оформлению пробирные весы очень похожи на микровесы.

Отсчет делений на рейтерной шкале проводят при помощи специально приспособленной лупы. У некоторых пробирных весов стрелка направлена вверх. Такие весы имеют два рейтерных приспособления: справа и слева.

Обращение с пробирными весами и уход за ними такие же, как и с аналитическими весами.

В СССР выпускаются микроаналитические демпферные весы СМД-1000 (рис. 261), предназначенные для точного определения массы драгоценных металлов и пробирного анализа.

Эти весы снабжены механизмом для выноса чашки, воздушными успокоителями и гиревым механизмом для накладывания кольцевых гирь массой до 999 *мг* на подвеску весов.

Оптическая шкала весов служит для определения массы в единицах массы и в пробах.

Предельная нагрузка весов—1 *г*. Цена деления шкалы — 0,01 *мг*. Суммарная погрешность весов при 100%-ной нагрузке — не больше 0,05 *мкг*.

Торзионные, или пружинные, весы

Эти весы по своему устройству отличаются от аналитических весов по конструкции и принципу действия. Взвешивание на них проводится также очень быстро и достаточно точно. Они отличаются от квадрантных весов тем, что чашка заключена в витрину, как у аналитических весов. Торзионные весы снабжены арретирным приспособлением.

Их применяют для определения массы очень малых количеств различных материалов.

Торзионные весы бывают двух типов: с неподвижной циферблатной шкалой и подвижной стрелкой (рис. 262) и с подвижной шкалой и неподвижной стрелкой (рис. 263). Весы устанавливают по уровню, который находится на одной из ножек.

Советские торзионные весы изготовляются для двух предельных нагрузок: 1) до 20 *мг* с наименьшим делением шкалы в 0,02 *мг* и 2) до 100 *мг* с наименьшим делением шкалы в 0,1 *мг*.

Для постоянного контроля торзионных весов их снабжают набором точных, проверенных гирь.

Дистанционно-управляемые весы. Швейцарская фирма «Меттлер» выпускает весы модели WF-5, предназначенные для точных взвешиваний при работе с радиоактивными веществами. Весы снабжены встроенными гирями и механизмом автоматического наложения и снятия их. Отсчет

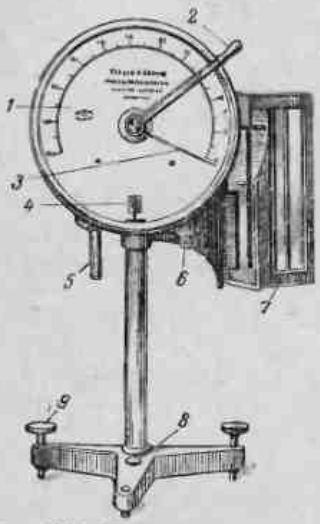


Рис. 262. Весы торзионные, или пружинные, с подвижной стрелкой: *1* — шкала; *2* — ручка; *3* — указательная стрелка; *4* — контрольная черта; *5* — ручка арретира; *6* — головка регулятора; *7* — футляр для чашки; *8* — уровень; *9* — установочный винт.

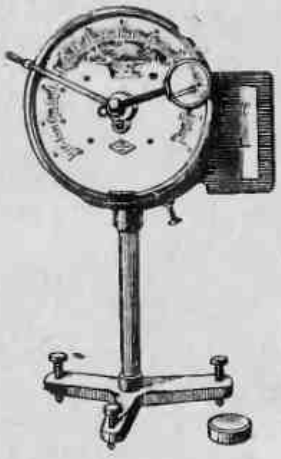


Рис. 263. Весы торзионные, или пружинные, с неподвижной стрелкой.

массы проводят с помощью встроенного телескопа. Максимальная нагрузка этих весов —5 *кг*, порог чувствительности —1 *мг*, дистанционность —4 *м* и более.

Термовесы и вакуумные весы

Для исследования непрерывного изменения массы каких-либо веществ при нагревании применяют разнообразные специальные термовесы (рис. 264). Имеются термовесы для непрерывной регистрации массы при нагревании в вакууме и при повышенном давлении.

Кроме того, имеются вакуумные и вакуум-термовесы. Их применяют при исследовании процессов, протекающих с изменением массы, например термическое разложение, взаимодействие твердых веществ в атмосфере определенных газов, абсорбция газов и пр.

Такие весы дают возможность проводить измерение малых давлений паров при высоких температурах, измерение скорости испарения, определение газопроницаемости и т. п.

Как термовесы так и вакуумные имеют предельную нагрузку 200 *г* и по чувствительности относятся к классу точных весов.

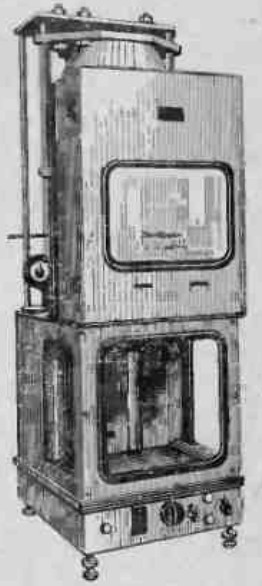


Рис. 264. Термовесы.

При работе с весами всех типов необходимо придерживаться следующих правил:

1. С весами, особенно аналитическими, *нужно обращаться всегда очень осторожно*. Без нужды *не следует переставлять весы с места на место*.

2. *Весы всегда должны быть чистыми*. Если при взвешивании чашки весов случайно окажутся загрязненными, надо немедленно вытереть их.

3. *Для взвешивания всегда надо пользоваться какой-либо тарой. Нельзя насыпать непосредственно на чашку весов* никаких веществ.

4. Около весов для грубого взвешивания и технохимических весов надо иметь банку с дробью для тарирования.

5. *Взвешивание дурно пахнущих и ядовитых веществ* на весах для грубого взвешивания и технохимических весах *нужно проводить только в вытяжном шкафу*.

6. На аналитических весах *нельзя взвешивать в открытых сосудах иод, растворы аммиака, концентрированные кислоты — азотную, соляную и уксусную, трех- и пятихлористый фосфор и вообще летучие вещества*, которые *могут* в парообразном состоянии *действовать на материалы*, из которых сделаны весы.

7. С *разновесом*, особенно с аналитическим, *надо обращаться осторожно*. Аналитические и технохимические разновески и гири можно *брать только пинцетом*.

8. *Разновес после взвешивания надо сейчас же убрать*. Каждой гире в футляре разновеса отведено свое место, куда и следует ее класть. *Оставлять разновесы на чашке весов недопустимо*.

9. Аналитические весы должен периодически проверять специалист. Нельзя браться самостоятельно за исправление весов при обнаружении серьезных дефектов.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Более полные сведения о весах можно найти в книге Рудо Н. М., Лабораторные весы и точное взвешивание, Стандартгиз, 1963.

Об антивибрационной установке весов см. Schöniger W., Mikrochim. Acta, № 3, 382 (1959); Gage D. G., Sullivan P., Anal. Chem., **28**, № 5, 922 (1956); РЖХим, **1957**, № 3, 289, реф. 8633; РЖХим, **1960**, № 8, 150, реф. 30599; Алимарин И. П., Фрид Б. И., Количественный микрохимический анализ минералов и руд, Госхимиздат, 1961.

Об электромагнитных аналитических регистрирующих весах см. Кацнельсон О. Г., Телятников И. П., Труды ГИАП, вып. 3, Госхимиздат, 1954, стр. 224.

Микроаналитические весы описаны Песочинским Я. М., в сб. «Энциклопедия измерений, контроля и автоматизации», вып.3, Изд. «Энергия», 1964, стр. 5; РЖХим, **1965**, 11Д4.

Описание ультрамикровесов и взвешивания на них см. Коренман И. М., Количественный микрохимический анализ, Госхимиздат, 1949, стр. 237 сл.; Алимарин И. П., Петрикова М. Н., Неорганический ультрамикроанализ, Изд. АН СССР, 1960; Кирк П., Количественный ультрамикроанализ, Издатинлит, 1952.

Ультрамикровесы типа УМВВ 0,005-5 описаны в ЖАХ, **20**, 530 (1965).

Нарушения в работе микровесов, возникающие вследствие тепловой эффузии, см. Poulis J. A., Thomas J. M., J. Sci. Instr., **40**, 95 (1963); РЖХим, **1964**, 9Д7.

О термовесах см. Kassner B., Chem. Rund., **12**, № 18, 491 (1959); РЖХим, **1960**, № 10, 146, реф. 38489.

О дифференциальных термовесах см. Bird R. T. H., Clay-craft, **30**, № 6, 340 (1957); РЖХим, **1958**, № 10, 131, реф. 32273.

О надежности микрохимических взвешиваний см. Hodsman G. F., Proc. Intern. Sympos. Micro-Chem., 1960, стр. 59; РЖХим, **1960**, № 20, 119, реф. 80698.

Об ошибках взвешивания, не связанных с весами, см. Corner M., Proc. Intern. Sympos. Micro-Chem., 1960, стр. 64, Discuss., стр. 69; РЖХим, **1960**, № 20, 119, реф. 80697.

О современных зарубежных аналитических весах см. Марков А. В., Измерит. техн., № 7, 49 (1961); Обзор РЖХим, **1962**, реф. 2Е3.

О цельностеклянных микровесах см. Faktor M. M., Chem. a. Ind., 1961, № 28, 1062; РЖХим, **1962**, 2Е4.

Об автоматических химических весах с использованием токов высокой частоты см. Кимура Эйсаки, Japan Analyst, **10**, № 6, 563 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 3Е2.

О прецизионных быстродействующих весах см. Kassner B., VDI-Zeitschrift, **103**, № 18, 802 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 4Е1.

Об антивибрационной подставке см. Hannau P., J. Chem. Educ., **37**, № 12, 644 (1960); РЖХим, **1962**, реф. 5Е121.

О решении проблемы взвешивания электростатически заряженных тел см. Mitsui Tetsuo, Ioshikawa Keikichi, Mikrochim. Acta, № 4, 527 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 6Е7.

О простом приспособлении для автоматического взвешивания см. Nair K. P. N., Food Sci., **10**, № 9, 287 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 12Е45.

Об электронных весах с автоматической записью для термогравиметрических исследований см. Pascalău M., Ursu I., Bologa M., Studii şi cecretări fiz. Acad. RPR, **13**, № 2, 349 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 12Д34.

О приборе для автоматического определения изменения массы малых навесок см. Ефимов В. Т., Литвиненко И. И., Зав. лаб., **28**, № 12, 1529 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 12Д4.

Об автоматических термовесах см. Гальперин Л. Н., ЖФХ, **36**, № 10, 2294 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 13Д49.

Об автоматической установке для одновременной регистрации массы и температуры см. Лисовенко А. Г., Михелев А. А., Инж.-физ. ж., № 9, 98 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 10Е26.

Никоноров Н. М., Марков А. В., Ермаков П. Е., Справочник по лабораторным весам и гирям, Машгиз, 1963.

Индуктивные весы для изучения термического разложения полимеров описаны Лещенко С. С., Карпов В. А., Карпович И. К., Катышев В. Н., Крумин Ж. К., Зав. лаб., **29**, 1016 (1963); РЖХим, **1964**, 20Д3.

Конструкция вакуумных весов непрерывного взвешивания см. Голубцов И. В., Володзько М. В., в сб. «Силикаты и окислы в химии высоких температур», 1963, стр. 368.

Об автоматических вакуумных термовесах см. Еремин Л. П., Шестаков В. Г., Болдырев В. В., Кинетика и катализ, **5**, 730 (1964); РЖХим, **1965**, 7Д5.

Глава 6

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ

Измерение температуры основано на применении термодинамической шкалы, выведенной теоретическим путем больше 100 лет тому назад У. Кельвином (Англия). Эта шкала имеет линейный характер и не зависит от свойств вещества, применяемого как рабочее тело. Со шкалой Кельвина совпадает другая — шкала идеального газа, выведенная также теоретически. Температуру по этой шкале измеряют газовыми термометрами, в которых рабочими веществами являются газы — водород или гелий, свойства которых в определенных условиях близки к свойствам идеального газа.

Градус Кельвина — единица измерения температуры по термодинамической температурной шкале. Экспериментальной реперной точкой для этой шкалы является тройная точка воды (температура равновесия между тремя состояниями воды — льдом, жидкой фазой и водяным паром). Температура тройной точки воды на 0,01° К выше температуры таяния льда, для нее установлено значение 273,16° К (точно).

Для практических измерений применяют Международную практическую шкалу 1948 г. Эта шкала основана на шести постоянных и воспроизводимых температурах фазовых превращений (при нормальном давлении 101 325 $н/м^2$):

Кипение кислорода	— 182,97 °С
Тройная точка воды	+ 0,01 °С
Кипение воды	+ 100 °С
Кипение серы	+ 444,6 °С
Затвердевание серебра	+ 960,8 °С
Затвердевание золота	+1063,0 °С

Температуры по обеим шкалам (термодинамической и международной практической) выражаются в градусах

Цельсия (°С) и градусах Кельвина (°К) в зависимости от начала отсчета (положение нуля) на шкале. Соотношение между градусами Кельвина (T) и Цельсия (t) по любой из этих шкал

$$t = T - 273{,}15$$
$$T = t + 273{,}15$$

ПРИБОРЫ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ

Температуру измеряют при помощи термометров. Термометры, предназначенные для измерения температур выше 630° С, называют пирометрами.

По принципу действия термометры могут быть классифицированы на следующие группы:

1. Дилатометрические, принцип действия которых основан на изменении объема рабочего тела (преимущественно жидкости) с изменением температуры.

2. Манометрические, принцип действия которых основан на измерении давления, меняющегося с изменением температуры, в замкнутом пространстве, причем рабочим телом в них могут быть газы, пары или жидкости.

3. Электрические, подразделяющиеся на: а) термометры сопротивления (болометры); б) термоэлектрические пирометры (термопары); в) термисторы (полупроводники).

4. Оптические, подразделяющиеся на: а) радиационные пирометры; б) оптические пирометры.

5. Термохимические. Термохимическим путем температуру измеряют обычно при помощи веществ, изменяющих окраску с изменением температуры.

Дилатометрические термометры

В химических лабораториях чаще всего применяют дилатометрические термометры. Они представляют собой стеклянные трубки с капилляром внутри и с резервуаром, заполненным, в зависимости от назначения, различными жидкостями.

Для измерения температур в соответствующих интервалах наиболее часто применяют следующие жидкости:

Жидкость, заполняющая термометр	Ртуть	Этиловый спирт	Толуол	Пентан
Интервалы температуры, °С	от —30 до +550	от —65 до +65	от 0 до —90	от +20 до —180

Наиболее распространены ртутные термометры. Кроме того, для измерения температуры в пределах от —58 до +30° С применяют термометры, наполненные ртутно-таллиевой амальгамой.

Ртутные термометры. Ртутный термометр представляет собой стеклянный капилляр, оканчивающийся резервуаром для ртути. Существует два вида ртутных термометров: трубчатые со вложенной шкалой и палочковые. У трубчатых термометров капилляр лежит на фарфоровой пластинке и находится в центре полой трубки. На фарфоровой пластинке нанесена шкала в градусах.

Палочковые термометры представляют собой толстостенный капилляр. Градуировка у таких термометров нанесена на наружной стенке капилляра, и штрихи обычно закрашены черной или красной краской.

Эти термометры обладают одним недостатком: краска, нанесенная в углубления делений, стирается и деления становятся плохо заметными, что затрудняет наблюдение. Такие термометры следует время от времени «чернить». Для этого тонкоизмельченным графитом или обожженной пробкой натирают шкалу термометра. Сажа задерживается в углублениях делений, и они становятся заметными. Чтобы сохранить «чернение» на относительно долгий срок, перед «чернением» термометр полезно протереть тряпочкой, смоченной 5 — 10%-ным спиртовым раствором канифоли, шеллака или какой-нибудь светлой смолы. Тогда сажа удерживается дольше.

Отсчет градусов проводят от нуля. Вверх и вниз от нуля на шкале через определенные расстояния стоят числа, показывающие градусы: 0, 10, 20, 30 и т. д. Расстояние между крупными делениями разделено на равные части, цена деления ртутного термометра может быть 1, 0,5, 0,2 и 0,1° С.

Химические термометры обычного типа применяют для измерения температуры от —30 до +360° С.

Наиболее распространены химические термометры (рис. 265) со шкалой в 100, 150, 200, 250, 300 и 360° С. Кроме того, имеются так называемые «газонаполненные» термометры со шкалой до 550° С, капилляр которых заполнен газом, не взаимодействующим с ртутью, например азотом. При нагревании термометра и подъятии столбика ртути в капилляре создается повышенное давление, что влечет повышение температуры кипения ртути (см. гл. 12 «Дистилляция»). Это и позволяет измерять температуру до 550° С, при которой

в отсутствие в капилляре инертного газа ртуть превратилась бы в пар *.

Для особо точных работ применяются так называемые образцовые или нормальные термометры, обычно составляющие набор из пяти термометров со следующими интервалами измерения:

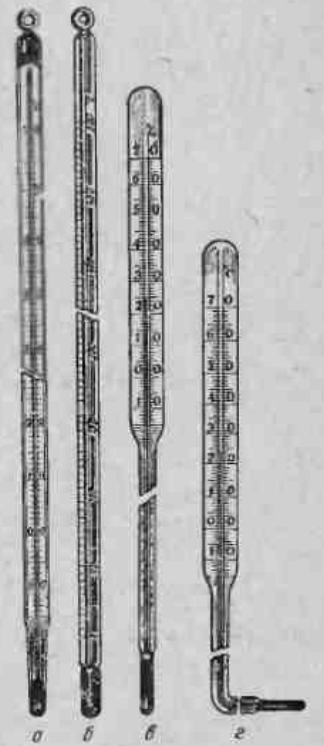
№ 1 от — 30 до + 25 °С
№ 2 от — 2 до + 52 °С
№ 3 от + 48 до +102 °С
№ 4 от + 98 до +202 °С
№ 5 от +198 до +302 °С

Эти термометры имеют деления в 0,2 и 0,1° С.

Так как при измерении температуры в нагретое вещество погружают только нижнюю часть термометра, то стекло и ртуть нагреваются неравномерно, и поэтому показания термометра несколько отличаются от истинных значений. Чтобы получить точные данные, нужно вводить поправки на выступающий столбик ртути.

Для определения этой поправки применяют вспомогательный термометр, резервуар которого устанавливают на середине выступающего столбика между уровнем, до которого погружен проверяемый термометр, и точкой его показания. Поправку вычисляют по формуле:

$$C = n \cdot \alpha (t_0 - t_b)$$



а *б* *в* *г*

Рис. 265. Термометры:
а — обычный ртутный; *б* — палочковый газонаполненный; *в* — технический прямой; *г* — технический угловой.

где C — поправка, выраженная в градусах;

n — число градусов в выступающем столбике;

α — коэффициент расширения стекла;

t_0 — температура, отсчитанная по проверяемому термометру;

* Имеются газонаполненные ртутные термометры специального назначения для измерения температур до +750 °С.

t_b — температура, отсчитанная по вспомогательному термометру.

Для палочковых термометров обычно $\alpha = 0{,}000168$, а для трубчатых $\alpha = 0{,}000158$.

Отклонения показаний термометра зависят главным образом от качества стекла, из которого он сделан. Часто термометры имеют паспорт, в котором указывается, какую поправку нужно вводить, чтобы получить истинную температуру.

При измерении температуры какой-либо жидкости термометр должен быть погружен в нее так, чтобы он находился на одинаковом расстоянии от стенок сосуда и ни в коем случае не касался их, причем резервуар термометра полностью погружают в жидкость. Термометр держат в жидкости до тех пор, пока не перестанет подниматься или опускаться столбик ртути.

При отсчете показаний термометра по шкале глаз должен находиться на одной линии с уровнем ртути.

После того как температура измерена, термометру дают *постепенно* остыть, затем его хорошо вытирают, чтобы на нем не оставалось следов того вещества, температуру которого измеряли *. Если нижняя часть термометра запачкана смолой, жирными и другими веществами, то термометр надо вытереть кусочком ваты, смоченной каким-нибудь органическим растворителем.

Нужно следить, чтобы термометр всегда был чистым.

Чтобы термометр постепенно остыл, его следует оставить висящим на штативе или, вставив в пробку, зажать в лапку на том же штативе. Нельзя класть термометр на твердые предметы (стеклянные пластины, изразцы, металл и т. д.).

Когда термометр больше не нужен, его следует положить в футляр и убрать в специально отведенное место. Очень полезно на дно футляра положить немного ваты, чтобы смягчать удары при укладке термометра.

Если термометр не имеет футляра, его следует хранить в специально отведенном ящике лабораторного стола, причем на дно ящика нужно положить слой ваты или ватина.

В тех случаях, когда термометр монтируют в приборе, его или укрепляют в пробке, или подвешивают за ушко,

* Особо осторожного обращения требуют нормальные термометры.

находящееся в верхней части термометра. При укреплении в пробке отверстие в ней сверлят несколько меньше окружности термометра. Чтобы термометр прошел в отверстие пробки, его следует смазать вазелиновым маслом или спиртом или даже водой и вставлять со стороны широкого конца пробки.

После того как термометр вставлен в пробку, выступающую часть его, которая будет находиться в приборе, нужно обязательно обтереть чистым полотенцем или кусочком ваты, смоченным бензином или другим органическим растворителем, чтобы удалить загрязнения.

Вместо ваты для вытирания термометров можно использовать фильтровальную бумагу или бумажные салфетки.

Термометры, применяемые для специальных целей, имеют несколько отличное устройство. Например, термометр, служащий для калориметрических исследований способом смешения, рассчитан для измерения температуры от 15 до 25° С; на его шкале внизу нанесено нулевое деление, затем идет расширение, потом шкала от 15 до 25° С, потом второе расширение и, наконец, деления от 95 до 105° С.

Метастатические термометры Бекмана (рис. 266) применяют исключительно для наблюдения за изменением температуры в течение опыта, причем в узком пределе температур (2—5° С).



Рис. 266. Термометр Бекмана.

Термометры Бекмана имеют значительную длину, и их шкала разделена всего на 5—6° С с делениями в 0,01° С, что позволяет проводить измерения с точностью до 0,002° С. В верхней части термометра находится резервуар с запасом ртути. В нижней части, как обычно, также имеется резервуар с ртутью. Оба резервуара соединены капилляром. Такое устройство дает возможность изменять количество ртути в рабочем (нижнем) резервуаре. Вследствие этого показания термометра при одной и той же температуре могут быть различны, и наоборот, одно и то же показание термометра может соответствовать разным температу-

рам. Из сказанного ясно, что, изменяя количество ртути в рабочем резервуаре, можно «настроить» термометр так, чтобы его показания отвечали требуемому интервалу температур. Если температура понижается в процессе эксперимента, то термометр «настраивают» так, чтобы в начале опыта мениск ртути находился в верхней части капилляра. При измерении повышения температуры мениск ртути устанавливают в нижней части капилляра.

Для «настройки» термометра его переворачивают верхней, расширенной частью вниз и, слегка постукивая пальцем по нему, загоняют каплю ртути в расширение верхней изогнутой трубочки. Затем переворачивают термометр и согревают рукой нижний резервуар с ртутью, держа его в кулаке, или же опускают в слегка подогретую воду. Столбик ртути, поднимающийся из резервуара, должен соединиться с ртутью, находящейся в верхней части термометра. После этого нижний резервуар нагревают до температуры, на 2—3° С превышающей ту, которую нужно будет измерить (наблюдения при этом ведут при помощи вспомогательного термометра). Как только эта температура будет достигнута, легкими щелчками разрывают столбик ртути в месте соединения капилляра с верхним расширением. Иногда для того, чтобы разорвать столбик ртути, требуется более сильное постукивание или даже встряхивание термометра.

Некоторые трудности представляет измерение температуры твердых тел (не порошков). При пользовании обычными термометрами для этой цели в твердом теле высверливают отверстие или углубление такого размера, чтобы в него можно было погрузить резервуар термометра и часть трубки.

Для измерения температуры поверхности твердых тел имеются специальные ртутные или жидкостные термометры, имеющие резервуар (для ртути или иной жидкости) особой формы, чаще всего спиралевидный. Следует заметить, что измерение температуры поверхности твердых тел при помощи описываемых термометров мало надежно и в этих случаях лучше пользоваться термисторами (полупроводниками), позволяющими измерять температуру малых поверхностей с достаточной точностью.

Максимальные термометры применяют для специальных работ. Шкала их обычно имеет интервал в 20—25° С. При охлаждении термометра уровень

столбика ртути в нем показывает максимальную температуру, до которой данное вещество было нагрето.

Чтобы привести максимальный термометр к исходному положению, его встряхивают. Каждый такой термометр должен иметь паспорт, в котором указывается, насколько опускается уровень столбика ртути при охлаждении термометра.

Из таких специальных термометров, предназначаемых для измерения максимальной и минимальной температуры, часто используется термометр Сикса (рис. 267), применяемый для измерения температуры в помещениях. Особенностью его является то, что он заполнен двумя жидкими веществами: ртутью и бензолом, причем ртуть находится только в нижних частях ветвей дугообразно изогнутого капилляра *b*, а бензол заполняет баллон *a* и обе верхние части капилляра *b*. Оба колена капилляра *b* лежат ка одинаковых параллельных шкалах. В каналы капилляра, в правом и левом колена над ртутью, вложены отрезки стальной проволоки длиной около 10 *мм* и диаметром немного меньше, чем диаметр капилляра. Эти отрезки можно передвигать в капилляре вверх и вниз при помощи магнита. Перед началом наблюдения эти столбики устанавливают так, чтобы они соприкасались с ртутью в обоих коленах капилляра. После этого термометр помещают в пространство, температура которого изучается, например в какое-либо помещение. Если температура повышается, объем бензола увеличивается и из баллона *a* бензол переходит в левую ветвь капилляра *b*. Уровень ртутного столбика при этом опускается и столбик ртути отрывается от проволочки. В правой ветви капилляра ртутный столбик соответственно повышается и вытесняет вверх проволочку. Передвижение ртути и проволоки вверх в этом колене продолжается до тех пор, пока повышается температура в проверяемом помещении. Если температура начнет понижаться, объем бензола в баллоне *a* сокращается, и вследствие этого ртутный столбик

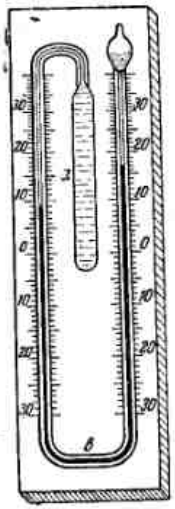


Рис. 267. Термометр Сикса.

поднимается в левом колене и опускается в правом. Отрезок проволоки в правом колене останется на месте и своим нижним концом будет показывать наивысшую (максимальную) температуру, какая была в помещении.

Ртутный столбик в левом колене вследствие уменьшения температуры ниже той, при которой началось наблюдение, поднимет отрезок стальной проволоки, и нижний конец его укажет самую низкую (минимальную) температуру, которая была в помещении. Таким образом, при помощи этого термометра можно определить крайние пределы изменения температуры за время наблюдения.

Технические термометры. Кроме химических термометров, в лабораториях иногда применяют технические термометры. Они предназначены для вмонтирования в какие-либо аппараты (сушильные шкафы, реакционные баки, котлы, автоклавы и др.). По размерам они значительно толще и длиннее химических термометров (в особенности та часть термометра, которая должна находиться в аппарате). В некоторых случаях применяют технические термометры с изогнутым под прямым углом концом. Такие термометры монтируют не в крышке аппарата, а в стенках его.

Шкала технических термометров рассчитана на разные температуры в пределах от 0 до 550° С; деления шкалы и цифры более крупные, чем у химических термометров, что облегчает наблюдение.

При неправильном пользовании термометры могут быть легко выведены из строя. Кроме смещения точки 0° С, наиболее часто наблюдается разрыв ртутного столбика. Это может произойти по ряду причин, чаще же всего — из-за быстрого охлаждения термометра, нагретого перед этим до высокой температуры. Иногда такой термометр можно исправить, если снова осторожно нагреть его до максимальной для него температуры. Когда разорвавшийся столбик снова станет целым, термометр осторожно охлаждают. Например, если термометр рассчитан на 100° С, то лучше всего опускать его в кипящую воду и оставить в воде до тех пор, пока она не остынет.

Большим недостатком стеклянных термометров является то, что их показания со временем изменяются. Это происходит потому, что стекло, из которого изготовлен термометр, сохраняет остаточные напряжения, образующиеся при охлаждении термометра после изготовления его.

В результате действия остаточных напряжений в течение длительного времени у термометров изменяется объем резервуара и капилляра, что приводит к смещению нулевой точки. В целях уменьшения этих деформаций все термометры, имеющие предельные температуры выше 200° С, перед градуировкой подвергают особой термической обработке, так называемому искусственному старению, выравнивающему остаточные напряжения и делающему их дальнейшее проявление менее заметным. Но все же искусственное старение не делает термометры совершенно стабильными, т. е. с неизменяющимися показаниями шкалы. Ввиду этого все термометры, как подвергавшиеся искусственному старению, так и неподвергавшиеся, выпускаются заводами только с годичной гарантией. После истечения этого срока термометры обязательно следует проверять.

Вообще нужно взять себе за правило *работать только с проверенными термометрами*. Точность термометров особенно важна при проведении исследовательских работ.

Жидкостные термометры для низких температур. При помощи ртутных термометров можно измерять температуру не ниже —30° С, так как при —38,9° С ртуть замерзает.

Для измерения температуры ниже —30° С удобнее пользоваться термометрами, заполненными органическими жидкостями, имеющими низкую температуру перехода в твердое состояние. Выше уже говорилось об органических жидкостях, применяемых для заполнения подобных термометров.

Это бесцветные жидкости, поэтому при заполнении термометров эти жидкости приходится подкрашивать. Для подкрашивания применяют органические красители красного или синего цвета.

Жидкостные термометры очень чувствительны к изменению температуры.

При заполнении термометра пентаном нижний предел измерения температуры может доходить до —180 °С. Имеются жидкостные термометры, позволяющие измерять температуру до —200° С.

Нижний предел измеряемой температуры у таких термометров ограничивается свойством жидкостей переходить в твердое состояние.

В некоторых случаях более удобно применять термометры с ртутноталлиевой амальгамой, чем термометры, заполненные толуолом или пентаном.

Проверка термометров. Термометр является довольно чувствительным прибором. В зависимости от условий, в которых термометр работал, находится постоянство его показаний. Если, например, термометр нагревать продолжительное время при высокой температуре, его нулевая точка смещается вверх, причем это смещение может достичь 20° С. Периодическое нагревание и охлаждение, т. е. совершенно нормальные условия работы термометра, обычно приводят к некоторому смещению точки 0° С. Это явление носит название термического последействия, или депрессии и происходит оттого, что расширившееся при нагревании стекло, остывая, не сразу приобретает свой первоначальный постоянный объем. Учитывая это обстоятельство, термометр время от времени следует проверять. Проверка термометра заключается в определении правильности его показаний при 0 и 100° С.

Для создания температуры, равной 0° С, рекомендуется применять тающий лед. Нужно помнить, что если взять грязный, содержащий примеси лед, то температура его плавления будет ниже 0° С. Если же при таянии льда скапливается вода и появляются пузырьки воздуха, то возможно образование зон перегрева, температура которых будет выше 0° С. Поэтому всегда следует брать лед, полученный из свежеперегнанной дистиллированной воды, по возможности освобожденной от воздуха (лучше брать для замораживания прокипяченную перед этим воду или же выдержанную в течение некоторого времени в вакуум-эксикаторе).

Замораживать воду лучше всего в фарфоровой чашке, пользуясь охлаждающими смесями. После замерзания воды чашку немного нагревают, опустив ее на полминуты в теплую воду, затем лед вынимают и разбивают чистым ножом или молотком.

Разбитый на куски (величиной с горошину) чистый лед кладут в стакан и обливают дистиллированной водой; воды берут столько, чтобы вытеснить воздух и получить густую кашицу; в нее опускают резервуар термометра так, чтобы он не касался стенок, и отмечают положение мениска ртути *. Если в течение нескольких минут показания термометра не изменяются, эту температуру записывают.

* При точном определении необходимо следить, чтобы резервуар и ртутный столбик были целиком погружены в лед.

После определения 0° С находят вторую точку (100° С) — это температура кипения чистой воды при нормальном давлении (760 *мм рт. ст.*). Для получения этой температуры нужно брать также свежеперегнанную воду (см. гл. 12 «Дистилляция»).

Для определения температуры кипения воды применяют металлический сосуд (рис. 268), верхняя часть которого имеет двойные стенки. Вверху его имеется отверстие, через которое наливают воду и вставляют термометр (на пробке). Нижняя, более широкая часть служит для нагревания воды.

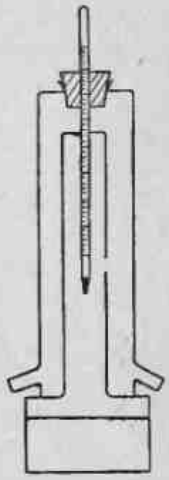


Рис. 268. Прибор для определения температуры кипения воды и для проверки термометров.

Термометр помещают в сосуд так, чтобы он: 1) не касался воды, а был бы лишь в парах ее; 2) из прибора выступал настолько, чтобы точка 95° С находилась на уровне пробки.

Наличие двойных стенок предохраняет пар от охлаждения. Через несколько минут после начала кипения воды в приборе устанавливается постоянная температура, равная температуре кипения воды при данном атмосферном давлении, тогда отмечают то показание термометра, на котором остановился уровень ртутного столбика. Одновременно записывают показание барометра и по таблицам находят температуру кипения воды при данном давлении.

Таким образом, проверяют правильность показаний термометра или вводят поправки на его показания, которые учитывают при дальнейших работах.

Для проверки других (кроме 0 и 100° С) точек термометра берут те или иные химически чистые соединения, температура кипения которых хорошо известна. Сам метод работы такой же, как и описанный выше. При этом необходимо отметить барометрическое давление и ввести соответствующую поправку на температуру кипения данного вещества.

Наиболее проста проверка показаний термометра по паспортизованному нормальному термометру. Наборы та-

ких нормальных термометров должны быть в каждой лаборатории.

При сличении показаний проверяемого термометра с показаниями нормального их помещают рядом в одинаковых условиях. При проверке 0° С — в лед, а при проверке 100° С — в пары кипящей воды. Для проверки промежуточных температур, и особенно температур выше 100° С, термометры можно поместить в вазелиновое масло или другое вещество с высокой температурой кипения.

Для пользования проверенным термометром должен быть составлен паспорт, подобный приведенному ниже:

	По воде			По вазелиновому маслу	
Показания нормального термометра, °С	0	+10	+20	+100	+150
Показания проверяемого термометра, °С	+1	+12,5	+22,0	+105,0	+149,0

Нужно запомнить правила обращения с термометрами.

1. С термометрами, особенно специальными, следует обращаться очень осторожно; *нельзя нагревать их выше максимальной температуры*, указанной на шкале.

2. После работы нужно дать термометру *постепенно остыть* до комнатной температуры, *очистить* его и, положив в футляр, убрать на место.

3. *Время от времени необходимо проверять правильность показаний термометра.*

Манометрические термометры

Манометрические термометры по принципу действия могут быть разделены на два типа: 1) газовые и жидкостные и 2) паровые.

Действие приборов первой группы основано на измерении давления газа или жидкости, находящихся в замкнутом пространстве; это давление зависит от температуры. Действие же приборов второй группы основано на измерении давления насыщенного пара над поверхностью жидкости; это давление также зависит от температуры. Манометрические термометры применяют для измерения температуры в различных диапазонах и в зависимости от назначения заполняют различными жидкостями. В табл. 7 указаны вещества, чаще всего применяемые для заполнения манометрических термометров.

Таблица 7

Вещества, применяемые для заполнения манометрических термометров

Рабочее вещество	Пределы измеряемых температур, °С		Характер шкалы
Газовые термометры			
Азот	—130	550	Равномерная
Гелий	—130	550	
Жидкостные термометры			
Ртуть	—30	500	Равномерная
Ксилол	—40	400	До 120 °С равномерная, далее—неравномерная
Метиловый спирт	—46	150	Равномерная
Паровые термометры			
Хлористый метил	0	120	Неравномерная
Хлористый этил	0	120	
Этиловый эфир	0	150	
Ацетон	0	200	
Бензол	0	200	

По конструкции манометрические термометры (рис. 269) всех типов практически одинаковы и состоят из следующих основных деталей: термометрического баллона, капиллярной трубки и манометра. Термометрический баллон *1* у приборов первой группы полностью заполнен соответствующим рабочим веществом, а у приборов второй группы—на $^2/_3$ жидкостью, пары которой заполняют остальной объем. Капиллярную трубку *2*, соединяющую баллон с манометром, и полую пружину *3* заполняют высококипящей жидкостью (часто — водно-глицериновой смесью). При нагревании или охлаждении давление в баллоне изменяется и через жидкость, заполняющую капилляр, действует на стенки пружины, раскручивающейся при повышении давления и скручивающейся при понижении его. Возникающее при этом движение свободного конца пружины передается через передаточную тягу *4* и зубчатый сектор *5* стрелке *6*. Шкала *7* прибора, по которой проводится отсчет, градуирована в градусах Цельсия.

На показания приборов первой группы оказывает влияние температура капиллярной трубки, если она отличается от градуировочной температуры. Для уменьшения этой

погрешности термометрический баллон имеет объем, во много раз превышающий объем капиллярной трубки. Однако полное устранение погрешности достигается лишь введением специальных компенсирующих устройств.

У приборов третьей группы, т. е. у паровых термометров, этого недостатка нет, так как при изменении температуры капилляра объем заполняющей его жидкости изменяется, что приводит к движению жидкости или к баллону, или от него, а следовательно, и к изменению парового пространства в баллоне. Однако у паровых термометров имеется другой недостаток, заключающийся в том, что шкала их неравномерная, она сжата в начале и растянута в конце, что зависит от давления пара над поверхностью жидкости.

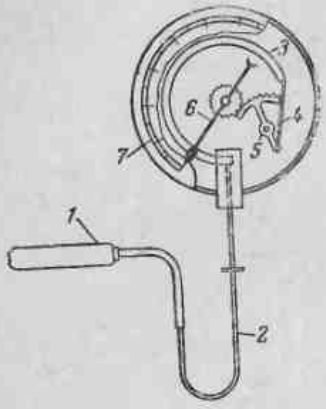


Рис. 269. Схема устройства манометрического термометра:

1 — термометрический баллон; *2* — капиллярная трубка; *3* — полая манометрическая пружина; *4* — тяга; *5* — зубчатый сектор; *6* — стрелка; *7* — шкала.

Манометрические термометры бывают указывающими и самопишущими на специальной диаграммной ленте или на диаграммном диске, причем самопишущий прибор может приводиться в движение или часовым механизмом, или электромотором.

При измерении температуры манометрическим термометром термометрический баллон вводят в испытуемую среду, прибор или аппарат. Если манометрический термометр не снабжен диаграммной лентой или диском, т. е. если он указывающий, его показания отсчитывают на шкале по положению стрелки.

Нельзя нагревать манометрический термометр выше предельной температуры, до которой он рассчитан.

Электрические термометры

Термометры сопротивления (болометры). Сопротивление проводников из чистых металлов измеряется очень точно и достаточно точно воспроизводится. Это свойство

металлов используют для измерения температуры термометром сопротивления.

Для изготовления такого термометра чаще всего применяют платиновую проволоку, так как платину легко можно получить химически чистой, а следовательно, результаты будут воспроизводимы. Платина не изменяется на воздухе даже при сильном нагревании; изменение сопротивления ее происходит по сравнительно простому закону; с ее помощью можно измерить температуру в достаточно широких пределах (от —200 до +900° С).

Для измерения температуры наибольшее распространение получили термометры сопротивления из платины для измерения температур от —190 до +600° С, из меди от —55 до +200° С, из никеля до 200—250° С, из железа до 100—150° С, из свинца — для низких температур и из фосфористой бронзы — для сверхнизких температур.

В СССР промышленностью выпускаются термометры сопротивления со стандартными градуировками: платиновые Гр 11а, 12а и 13а для температуры от —120 до +500° С и медные Гр 2а для температуры от —50 до +150° С.

Термометр сопротивления (рис. 270) представляет собой спираль *1* из платиновой или другой проволоки, намотанную на слюдяной крест *2* или на кварцевую витую палочку или трубочку. К концам спирали припаивают подводящие ток провода *3* из платины, серебра или золота; концы проводов прикреплены к клеммам головки *4* термометра. Весь термометр помещен в кварцевую трубку *5*, которая защищает спираль и подводящие провода от действия вредных веществ и механических повреждений.

В зависимости от назначения термометра величины сопротивления и длина спирали бывают различными. Например, термометр для технических целей на 100 *ом* имеет длину 6 *см*, диаметр 3—4 *мм*; он заключен в металлическую оболочку. Термометр для лабораторных целей на 25—50 *ом* обычно бывает длиной 2—4 *см*, диаметром 3 *мм* и чаще всего без оболочки.

К клеммам, расположенным на головке термометра, подсоединяют провода измерительной установки. Измерять сопротивление можно различными способами, но чаще всего для этого применяют измерительную систему с мостиком Уитстона (рис. 271).

Напряжение, приложенное к термометру сопротивления R_1, не должно превышать 5—6 *в*. Силу тока в цепи

регулируют с помощью реостата 2, включенного последовательно с источником тока 1. Мостик Уитстона, включенный в цепь, имеет две ветви. Первую ветвь образуют сопротивления R_1 и R_2, вторую — сопротивления R_3 и R_4. Обе ветви соединены цепью с гальванометром 3.

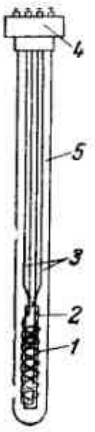


Рис. 270. Термометр сопротивления (болометр):

1 — платиновая спираль; *2* — слюдяной крест или другой каркас; *3* — подводящие провода; *4* — головка термометра с клеммами; *5* — защитная кварцевая трубка.

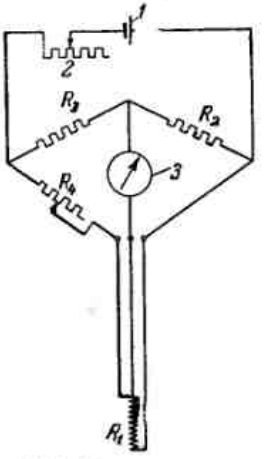


Рис. 271. Схема измерительной системы термометра сопротивления:

1 — источник постоянного тока; *2* — сопротивление для регулирования силы тока в цепи; *3* — гальванометр; R_1 — термометр; R_2, R_3 — постоянные сопротивления; R_4 — переменное сопротивление.

Если

$$\frac{R_1}{R_2} = \frac{R_4}{R_3}$$

то в этой цепи ток не идет и стрелка гальванометра показывает нуль. Помещая сопротивление R_1 (термометр) в среду с температурой 0° С и изменяя постоянные сопротивления R_2 и R_4, добиваются, чтобы гальванометр также показывал нуль. Затем, помещая термометр туда, где нужно измерить температуру (печь, термостат, реакционную смесь и пр.), изменяют величину сопротивления R_4 так, чтобы стрелка гальванометра показывала нуль, и вычисляют сопротивление R_1 термометра при данной температуре по формуле:

$$R_1 = \frac{R_2 \cdot R_4}{R_3}$$

Зная R_1, находят измеряемую температуру по заранее составленной таблице или графику для данного термометра сопротивления и данного мостика Уитстона.

Удобнее градуировать непосредственно гальванометр по заранее известным температурам (по температурам плавления чистых металлов и солей) и по показаниям гальванометра, пользуясь составленным для него графиком или таблицами *, сразу определять температуру.

Термоэлектрические термометры (термопары). Термоэлектрические термометры, которые называют также *пирометрами*, представляют собой два различных проводника, спаянных или сваренных одними концами (так называемый спай), а другими концами соединенных с гальванометром. Термопару обычно помещают в фарфоровый или кварцевый карман (трубку, запаянную с одного конца).

Защитные трубки и карманы делают из различных материалов: выбор материала зависит от измеряемой температуры и от условий опыта. Так, для измерения температуры водяного пара, нагретого до 500° С, защитные трубки делают из стали, покрытой медью, или из меди. При измерении температуры дымовых газов, а также в керамических, электрических, криптоловых и других печах применяют для температур до 1500—1600° С трубки из неглазурованного фарфора или шамота, для температур около 2000° С— из двуокиси циркония.

Места скрепления проводников пары с проводниками цепи называются холодными спаями (рис. 272). При измерении температуры их помещают в термостат с постоянной температурой, лучше всего с температурой, равной 0° С, т. е. в чистый лед, получаемый замораживанием дважды перегнанной воды. Горячий спай вводят в испытуемый прибор или среду.

При нагревании горячего спая возникает электродвижущая сила, направленная от одного из взятых металлов к другому. Величина термоэлектродвижущей силы обычно пропорциональна разности температур между горячим и холодным спаями. Это свойство и положено в основу измерения температуры с помощью термопар.

Схема монтажа термопары показана на рис. 273.

---

* Пилипчук Б. И., Вспомогательные таблицы для платиновых термометров сопротивления, Труды ВНИИ метрологии, № 25, 111 (1955).

Каждая термопара в цепи с данным гальванометром должна быть предварительно отградуирована, и к ней должен быть составлен паспорт в виде таблички или графика (кривой, нанесенной на миллиметровую бумагу). Для этого оба спая (холодный и горячий) опускают в термостат с температурой 0° С и устанавливают гальванометр на нуль. Затем горячим спаем измеряют заранее известную температуру плавления чистых металлов и солей. Отмечают соответствие показаний гальванометра данной температуре и строят кривую «милливольты — градусы». При пользовании термопарой не следует менять гальванометр, так как

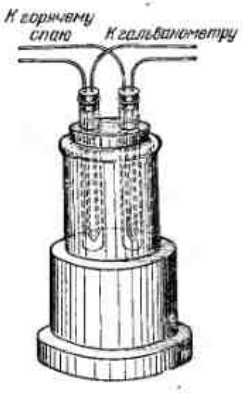


Рис. 272. Монтаж холодных спаев термопары в сосуде Дьюара.

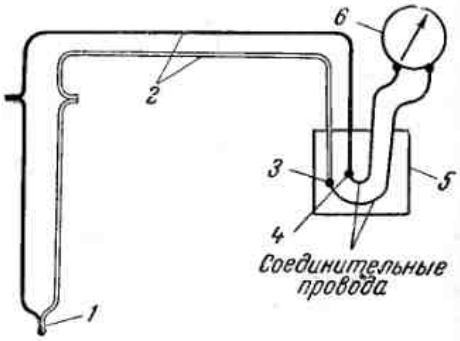


Рис. 273. Схема монтажа термопары:
1 — горячий спай; *2* — компенсационные провода; *3, 4* — холодные спаи; *5* — термостат; *6* — гальванометр.

иначе придется градуировать термопару снова. Время от времени нужно сверять показания гальванометра, измеряя известные температуры.

При правильном пользовании термопарой можно добиться измерения температуры с точностью до сотых долей градуса.

Для изготовления термопар чаще всего применяют чистые металлы и различные сплавы.

В СССР обычно применяют термопары, характеристика которых приведена в табл. 8.

Кроме перечисленных, имеется много других термопар. Например, иридий-иридиевородиевую термопару можно применять для измерения температуры до 2000° С.

Таблица 8

Наиболее употребительные термопары (первым указан положительный термоэлемент)

Термопары	Температурный интервал применения °С	Максимальная температура (кратковременное нагревание) °С
Платинородий (10%) — платина	От +250 до 1450	1600
Хромель—алюмель	» —200 » 1200	1350
Медь—константан	» —185 » 500	600
Железо—константан	» —200 » 750	—
Серебро—константан	» 0 » 600	—
Нихром—константан	До 600	—

Термопары пригодны и для измерения низких температур. Так, указанную в таблице медь-константановую термопару можно применять для измерения температуры до —190 °С, термопару золото — серебро применяют для низких температур от —200 до —255° С.

Дифференциальные термопары. Для измерения разности температур применяют дифференциальные термопары (рис. 274), состоящие из двух ветвей

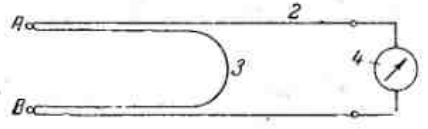


Рис. 274. Схема дифференциальной термопары:
1, 2 — ветки термопары; *3* — проводник; *4* — гальванометр; *A, B* — спаи.

(из одного и того же металла) *1* и *2* и проводника *3* (из другого металла или сплава). Спаи *A* и *B* помещают в места, разность температур которых нужно измерить; стрелка гальванометра *4* отклоняется от нуля. Показания гальванометра пропорциональны разности температуры спаев. Нуль гальванометра устанавливают в условиях, когда разность температуры спаев *A* и *B* равна нулю, т. е. $t_A = t_B$.

Термисторы. Термисторами называют полупроводниковые приборы, обладающие свойством изменять электропроводность при изменении температуры. Поэтому их называют также термически чувствительными сопротивлениями, особенностью которых является то, что при повышении температуры сопротивление термистора резко уменьшается, т. е. также резко увеличивается его электропроводность. Это и позволяет использовать термисторы для очень точного измерения температуры в очень большом интервале.

Для измерения температуры применяют термисторы самой разнообразной формы, в зависимости от того, в ка-

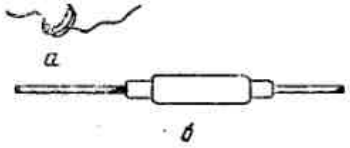


Рис. 275. Внешний вид термисторов.

ких условиях должно проводиться измерение. Их делают в виде таблеток, трубок, стержней, пластин и т. д. На рис. 275 показан внешний вид некоторых термисторов. Так, термистор, обозначенный буквой *а*, представляет собой таблетку из полупроводниковой массы. Диаметр таблетки — около 4 *мм*, толщина — около 1 *мм*. Такую таблетку помещают в металлическую чашечку с плоскими краями. Сверху чашечку прикрывают слюдяной пластинкой и края чашечки завальцовывают, плотно зажимая таблетку между дном чашечки и слюдяной пластинкой. Выводы термистора делают из мягкого многожильного медного провода. Один вывод припаян к бортику чашечки, а второй пропущен через отверстие в центре слюдяной пластинки и прикреплен к самой таблетке.

Термистор *б* имеет форму цилиндрического стержня. Полупроводниковая масса состоит, например, из окиси меди и окиси марганца. В зависимости от условий применения размеры стержней и полупроводниковая масса могут быть различны. Обычно длина стержня бывает в пределах 10—25 *мм*, а диаметр — от 2,5 до 7 *мм*. На торцах стержней делают контактные выводы.

Для предохранения термистора от действия влаги его покрывают влагонепроницаемой пленкой лака или же помещают в герметизированный корпус из металла или стекла и металла.

При помощи термисторов можно измерить температуру поверхности с очень небольшой площадью. На рис. 276 показана схема включения термистора в электрическую цепь для измерения температуры. Изменяя величину питающего напряжения и добавочного сопротивления,

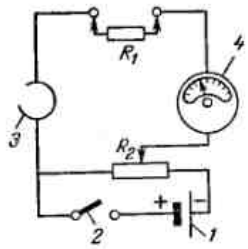


Рис. 276. Схема включения термистора в электрическую цепь для измерения температуры:

1 — батарея; *2* — выключатель; *3* — термистор; *4* — гальванометр; R_1 — добавочное сопротивление; R_2 — потенциометр.

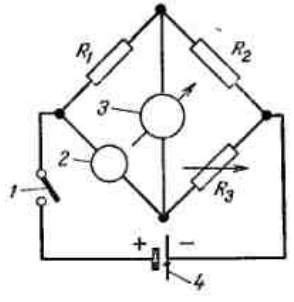


Рис. 277. Схема включения термистора в электрическую цепь для измерения температуры:

1 — выключатель; *2* — термистор; *3* — чувствительный гальванометр; *4* — батарея; R_1, R_2, R_3 — сопротивления.

можно получить желаемую точность измерения. Если необходимо провести особо точное измерение, следует применить мостовую схему (рис. 277).

При помощи термисторов можно измерять температуру на большом расстоянии от испытуемого нагретого объекта.

Термисторы могут быть использованы также для очень точного регулирования температуры. В таком случае в мостовую систему можно подключить терморегулятор.

Пирометры

Для измерения температуры выше 800° С применяют пирометры, принцип действия которых основан на определении величины излучения, испускаемого нагретыми телами.

Радиационные пирометры. Принцип действия радиационных пирометров состоит в том, что поток теплового излучения, испускаемого раскаленным телом, улавливается и фокусируется на теплочувствительной части прибора, соединенной с термопарой.

Принципиальная схема радиационного пирометра показана на рис. 278. Он состоит из корпуса *6*, имеющего объектив *2*, который улавливает тепловой поток и направляет его на теплочувствительную часть *1* прибора. Эта часть представляет собой крестообразную пластину из платины,

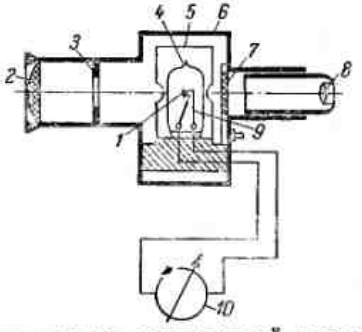


Рис. 278. Схема радиационного пирометра:

1 — теплочувствительная часть; *2* — объектив; *3* — диафрагма; *4* — температурная лампа; *5* — медный кожух; *6* — корпус; *7* — светофильтр; *8* — окуляр; *9* — температура; *10* — милливольтметр.

покрытую платиновой чернью. К этой пластине припаяны четыре горячих спая хромель-копелевых термопар, образующих термобатарею. При нагревании или охлаждении теплочувствительной части также нагреваются или охлаждаются горячие спаи этой термобатареи. Таким путем достигается увеличение электродвижущей силы и, следовательно, увеличивается точность прибора.

Платиновая пластинка и термопары заключены в стеклянную температурную лампу *4*, закрытую почерненным медным кожухом *5*. В медном кожухе имеются отверстия для прохода тепловых лучей на теплочувствительную часть прибора и для наблюдения за правильностью фокусирования. Через цоколь лампы выведены концы термопар и присоединены внутри прибора к клеммам.

При фокусировании прибора нужно добиваться того, чтобы раскаленное тело было видно в телескопе и закрывало бы все поле зрения. Если изображение будет больше или меньше поля зрения, то условия наблюдения будут отличаться от градуировочных и результат измерения будет неправильным. Четкость изображения для правильной наводки достигается перемещением окуляра *8*. Чтобы

предохранить глаз наблюдателя от яркого света, можно пользоваться светофильтром *7*, который перемещают при помощи ручки, расположенной рядом с клеммами.

Для измерения величины электродвижущей силы, возбуждаемой в термобатарее радиационного пирометра, пользуются или гальванометром, или потенциометром, которые должны быть градуированы в градусах по температуре излучения абсолютно черного тела.

Истинную температуру раскаленного реального тела по измеренной радиационным пирометром определяют введением поправок с учетом коэффициента черноты реального тела, температуру которого измеряют. Для этого пользуются специальными таблицами коэффициентов черноты полного излучения материалов при различных истинных температурах, а также таблицами соотношений между температурой, измеренной радиационным пирометром, или радиационной температурой и истинной температурой в зависимости от коэффициента черноты полного излучения.

При помощи радиационных пирометров полного излучения можно измерять температуру от 900 до 1800° С и даже до 2000° С.

Оптические пирометры. Принцип действия оптических пирометров основан на сравнении в монохроматическом свете яркости излучения исследуемого накаленного тела с яркостью накала нити, интенсивность излучения которой в зависимости от температуры известна.

Схема наиболее распространенного оптического пирометра ОППИР-09 показана на рис 279. Это — переносный прибор, все части которого смонтированы в общем кожухе или корпусе. Луч света, испускаемый накаленным телом, попадает в прибор через объектив *1*, а затем через окуляр *6* в глаз наблюдателя, сравнивающего яркость светового потока тела с яркостью нити *4* температурной лампы *3*. Сравнение проводят в монохроматическом свете, получаемом с помощью светофильтра *5*, расположенного за окуляром и пропускающего узкий спектральный участок света (область красных лучей).

Нить температурной лампы накаливается от щелочного аккумулятора, присоединенного к прибору проводами, проходящими через рукоятку *11*.

Накал нити регулируют реостатом *8*, включенным в цепь лампы последовательно. Движок *9* реостата передви-

гают при помощи кольцевой рукоятки *10*. На рукоятке и на корпусе прибора имеются черточки белого цвета, около которых стоит отметка «0». Когда черточки на рукоятке и на корпусе прибора совпадают — цепь лампы разомкнута и аккумулятор отключен. Сила тока, подаваемого лампе, уменьшается при повороте рукоятки по направлению стрелки, которая имеется на ней.

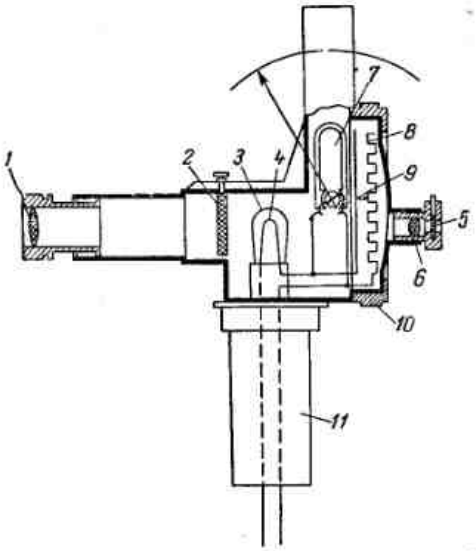


Рис. 279. Схема оптического пирометра ОППИР-09:

1 — объектив; *2* — ослабляющий светофильтр; *3* — температурная лампа; *4* — нить накаливания температурной лампы; *5* — монохроматический светофильтр; *6* — окуляр; *7* — милливольтметр; *8* — реостат; *9* — движок реостата; *10* — кольцевая рукоятка реостата; *11* — рукоятка прибора.

Температуру отсчитывают по показанию пирометрического милливольтметра *7*, градуированного в градусах по накалу нити.

При измерении температуры оптическим пирометром ОППИР-09 его придерживают за рукоятку и направляют объектив на накаленное тело, предварительно убрав светофильтр. Передвигая окуляр и объектив, добиваются получения четких изображений нити температурной лампы и тела, температуру которого измеряют. После этого светофильтр снова помещают на его место и, поворачивая ручку реостата в сторону, противоположную направлению стрелки, постепенно повышают накал нити до тех пор, пока ее

верхняя часть, хорошо заметная на фоне раскаленного тела, не сольется с фоном и не исчезнет из поля зрения.

Когда температура нити лампы ниже измеряемой температуры тела, видна темная линия на светлом фоне. Если же температура нити лампы выше измеряемой, видна светлая линия на темном фоне. При равенстве температур нить перестает быть видимой.

Оптический пирометр ОППИР-09 предназначен для измерения температуры от 800 до 2000° С, однако нить температурной лампы не выдерживает накала больше 1400° С. При температуре выше указанной материал нити начинает испаряться, вследствие чего характеристика лампы меняется. Чтобы избежать этого, при измерении температуры выше 1400° С для ослабления светового потока накаленного тела между объективом и температурной лампой помещают дополнительный светофильтр *2*. Таким образом, прибор имеет два диапазона измерений: 800—1400° С и 1200—2000° С.

Ввиду того, что оптические пирометры градуируют по излучению абсолютно черного тела, для измерения температуры реальных тел с различными коэффициентами черноты в показания прибора следует вводить соответствующие поправки по специальным таблицам.

Кроме описанного, имеются эталонные оптические пирометры ОР-48, имеющие три диапазона измерений: до 1400° С, до 2000° С и до 3000° С. Оптический пирометр ЭОП-1 имеет пять диапазонов — от 1400 до 6000° С, с погрешностью измерения 0,05% при 1063° С, 0,2% при 3000° С и 1% при 6000° С.

К приборам всегда прилагаются инструкции, содержащие описание прибора, правила его использования, а также правила зарядки аккумуляторов. В паспорте прибора указывается его характеристика, данные о его градуировке и свидетельство о его пригодности для работы. Как все точные приборы, оптические пирометры следует периодически проверять.

Фотоэлектрический пирометр. Для непрерывного и бесконтактного измерения и записи температуры неподвижных и движущихся тел применяют фотоэлектрический пирометр ФЭП-4 *. При его помощи можно измерять тем-

* Прибор изготовляет Свердловский опытный завод треста «Уралмонтажавтоматика».

пературы от 500 до 4000° С. Прибор выпускается как одношкальный с предельной температурой измерения 2000° С, так и двушкальный — с пределом измерения до 4000° С. Основная погрешность показателей пирометра не превышает ±1% для приборов с верхним пределом измерения больше 2000° С.

Вторичным прибором этого пирометра служит быстродействующий показывающий и записывающий электронный потенциометр БП-5164 с прямолинейной шкалой

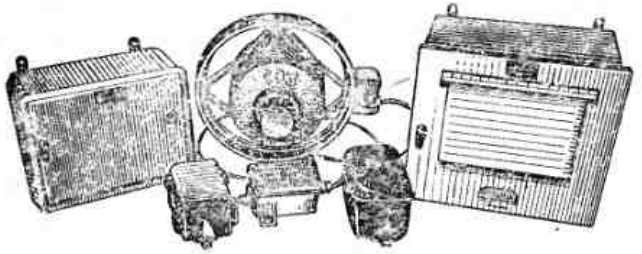


Рис. 280. Фотоэлектрический пирометр ФЭП-4.

и ленточной диаграммой. Время установления показаний потенциометра не превышает 1 *сек*.

Общий вид фотоэлектрического пирометра ФЭП-4 показан на рис. 280; рис. 281 иллюстрирует принципиальную схему этого пирометра.

Изображение визируемой поверхности *1* фокусируется линзой *2* на отверстии *4* в держателе светофильтра *7*, установленного перед фотоэлементом *5*. Диафрагма *3* и отверстие *4* ограничивают световой поток, падающий на фотоэлемент. Если изображение нагретой поверхности полностью перекрывает отверстие *4*, величина светового потока, падающего на катод фотоэлемента, зависит от яркости визируемой поверхности и, следовательно, от ее температуры. Через отверстие *6* в том же держателе светофильтра на фотоэлемент падает световой поток от лампы накаливания *10* (лампа обратной связи), питаемой током выходного каскада электронного усилителя *9*. При помощи этой лампы в приборе осуществляется обратная связь по световому потоку. Световые потоки от визируемого тела и от лампы *10* модулируются с частотой 50 *гц* в противофазе. Благодаря этому через фотоэлемент течет ток, переменная составляющая которого пропорциональна разности интенсивностей

этих потоков. Переменная составляющая фототока усиливается усилителем *8* и выпрямляется фазовым детектором (на рисунке не показан). Выпрямленное напряжение поступает на сетку выходного каскада усилителя *9*.

Интенсивности светового потока лампы обратной связи и потока визируемого тела несколько отличаются друг от друга, однако благодаря большому коэффициенту усиления системы разность между ними невелика. При увеличении этой разности ток в цепи лампы обратной связи довольно быстро изменяется, и разность снова уменьшается. Таким

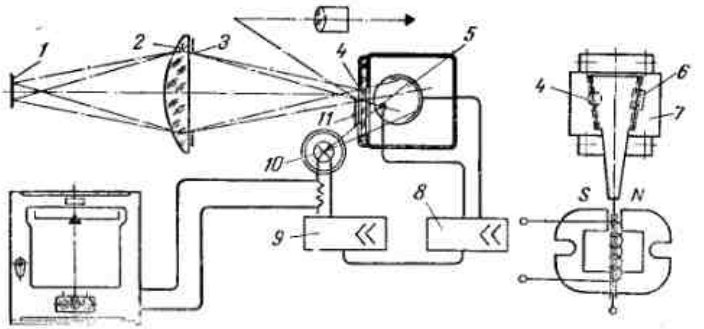


Рис. 281. Принципиальная схема фотоэлектрического пирометра ФЭП-4:

1 — визируемая поверхность; *2* — линза; *3* — диафрагма; *4*, *6* — отверстия в держателе светофильтра; *5* — фотоэлемент; *7* — держатель светофильтра; *8*, *9* — усилители; *10* — лампа накаливания.

образом, ток лампы обратной связи, связанный с интенсивностью ее светового потока, с достаточной точностью характеризует яркость и температуру визируемого тела.

Термохимический метод измерения температуры

Некоторые вещества обладают способностью изменять свой цвет при нагревании до определенной температуры. Это свойство используют для приблизительного измерения температуры нагретых металлических поверхностей с точностью ±10 °С. Для этой цели пользуются термочувствительными карандашами и красками.

Термочувствительные карандаши. Восковые, пигментированные термочувствительными соединениями карандаши применяют для индикации температуры от 140 до 600 °С по шкале № 1 и от 230 до 500 °С по шкале № 2 (табл. 9).

Для проверки температуры по шкале № 1 на горячую поверхность металла наносят штрих термочувствительным карандашом. Цвет штриха должен измениться в течение 5—10 *сек*, причем измененный цвет должен сохраняться после остывания металла.

Штрихи, наносимые карандашом, удаляют механическим путем.

При пользовании шкалой № 2 штрих карандашом делают на металлической поверхности, предварительно нагретой до 80—100 °С. После нанесения штриха температуру повышают до предельной в течение 2—4 *мин* и в течение 5—10 *сек* цвет штриха должен измениться.

Таблица 9

Шкалы для термочувствительных карандашей

№ карандаша	Температура изменения цвета °С	Цвет	
		до нагревания	после нагревания
		Шкала № 1	
140	140	Розовый	Черный
200	200	Сиреневый	Синий
250	250	Зеленый	Коричневый
300	300	Охристый (желтый)	Красно-коричневый
320	320	Лиловый	Беж
340	340	Оранжевый	Коричневый
390	390	Голубой	Беж
440	440	Белый	Коричневый
490	490	Голубой	Светлый беж (через беж)
530	530	Розовый	Белый (через беж)
600	600	Зеленый	Белый (через коричневый)
		Шкала № 2	
230	230	Светло-зеленый	Беж
240	240	Темно зеленый	Белый
250	250	Сиреневый	Белый
260	260	Охристый (желтый)	Красно-коричневый
270	270	Фиолетовый	Беж
280	280	Красный	Белый
290	290	Светло-розовый	Белый
300	300	Темно-сиреневый	Белый
470	470	Бирюзовый	Белый (через темно-зеленый)
480	480	Голубой	Белый
490	490	Хаки	Оранжевый (через коричневый)
500	500	Черный	Оранжевый (через коричневый), при охлаждении желтый

Термочувствительные карандаши нельзя хранить на свету. Их следует хранить в закрытых коробках в сухом и прохладном месте при температуре не выше 25 °С.

Термочувствительные краски. Это лаковые краски на основе синтетических смол; их применяют для измерения температур от 45 до 600 °С (табл. 10). Точность результатов не превышает ±10 °С.

Таблица 10

Шкала для термочувствительных красок

№ краски	Температура изменения цвета °С	Цвет	
		до нагревания	после нагревания
1а	45	Светло розовый	Голубой
	260	»	Коричневый
	600	»	Черный (переход не резкий)
3	85	Оранжевый	Серый
	540	»	Желто-розовый
	600	»	Желто-розовый
4	120	Светло-зеленый	Фиолетовый
	260	»	Коричневый
	610	»	Грязно-белый
2а	180	Сиреневый	Синий
	300	»	Коричневый
	600	»	Грязно белый
8	230	Зеленый	Коричневый
	600	»	Черный
6а	255	Кремовый	Беж (темный)
	330	»	Темно-коричневый
	600	»	Темно-коричневый
10	280	Охристый (желтый)	Красно-коричневый
	600	»	Красно-коричневый
12	340	Голубой	Беж
	600	»	Беж
6б	320	Белый	Беж
	380	»	Коричневый (при охлаждении желтый)
	600	»	Коричневый (при охлаждении желтый)
15	285	Оранжевый	Серый
	470	»	Желто розовый
	600	»	Желто розовый
14	300	Розовый	Беж
	510	»	Белый
	600	»	Белый

Термочувствительные краски перед применением разбавляют этиловым спиртом до нужной консистенции. Их можно наносить на металлическую поверхность кистью или пульверизатором. Нанесенный слой должен высыхать при комнатной температуре за 20—25 *мин*.

Термокраски хранят в герметически закрытой таре при 20—25 °С.

АВТОМАТИЗАЦИЯ КОНТРОЛЯ ТЕМПЕРАТУРЫ

При проведении многих исследовательских работ бывает необходимо соблюдать строгий температурный режим,

устанавливаемый особыми приспособлениями. Визуальное наблюдение за температурой в течение длительного времени очень утомительно и трудно и даже не всегда осуществимо. Поэтому для регистрации изменения температуры применяют специальные приборы, так называемые т е р м о г р а ф ы (рис. 282). Эти приборы снабжены часовым механизмом с недельным или суточным заводом и теплочувствительным устройством для автоматической записи температуры за время наблюдения. На барабане, в котором находится часовой механизм, укрепляют бумажную ленту с делениями по вертикали в градусах, а по горизон-

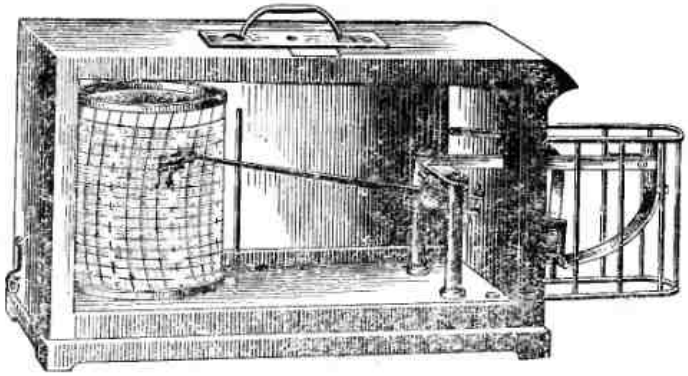


Рис. 282. Термограф.

тали — в днях и часах. Прибор снабжен самописцем и при вращении барабана на ленте получается линия, характеризующая изменение температуры во времени. Такие термографы можно применять для контроля температуры в замкнутом пространстве, например в помещении, какой-либо камере и т. д.

Для автоматического контроля температуры жидкостей существуют заполненные жидкостью регистрирующие термометры с гибким капилляром, позволяющим изменять место измерения.

Существует много систем автоматической записи температуры во времени, основанные на использовании гальванометров и других электрических устройств.

Терморегуляторы * бывают различных систем и видов.

Ртутно-толуоловые терморегуляторы. Ртутно-толуоловый терморегулятор (рис. 283)— довольно чувствительный прибор. Он представляет собой стеклянный капилляр *4*, переходящий в широкую трубку *2*, оканчивающуюся изгибом с баллоном *1*. Сбоку впаивают платиновую проволоку *3* (неподвижный контакт). В верхней части капилляр переходит в широкую цилиндрическую часть *5*.

Баллон *1* терморегулятора заполняют чистым перегнанным толуолом, для чего в верхнюю цилиндрическую часть наливают толуол и опускают баллон терморегулятора в горячую воду; при этом часть воздуха, находящегося в баллоне, удаляется. Затем баллон быстро охлаждают холодной водой и некоторое количество толуола поступает в баллон. Повторяя эту операцию несколько раз, заполняют баллон. Так же вводят и ртуть. Ртуть, применяемая для заполнения терморегулятора, должна быть предварительно очищена (см. гл. 18).

Для настройки терморегулятора на определенную температуру в цилиндрическую часть прибора вводят платиновую проволочку, припаянную к винту с клеммой (подвижный контакт). Поднимая или опуская винт, регулируют степень нагревания. К подвижному и неподвижному контактам ток подается через реле.

Терморегулятор другой конструкции изображен на рис. 284. Заполнение этого терморегулятора ртутью и толуолом проще, чем описанного выше, и проводится через толстостенную стеклянную трубку *2* с капилляром диаметром около 1 *мм*, доходящим почти до дна баллона *1*. В верхней части баллона имеется припаянная трубка *3* с запаянным верхом, через которую проходит платиновая проволока *6*, являющаяся неподвижным контактом. Подвижным контактом служит тонкий стальной стерженек *5* с напаянным платиновым концом. Этот стерженек через резиновую пробку *4* вставляют в трубку *2* до нужного уровня. Для настройки терморегулятора на ту или иную температуру следует поднять или опустить подвижный

* Более подробное описание терморегуляторов см. А л е к с е е в Н. Г., П р о х о р о в В. А., Ч м у т о в К. В., Электронные приборы и схемы в физико-химическом исследовании, Госхимиздат, 1961.

контакт, соответственно передвинув резиновую пробку, надетую на стержень подвижного контакта. Объем баллона и диаметр капиллярной трубки должны быть таковы, что-

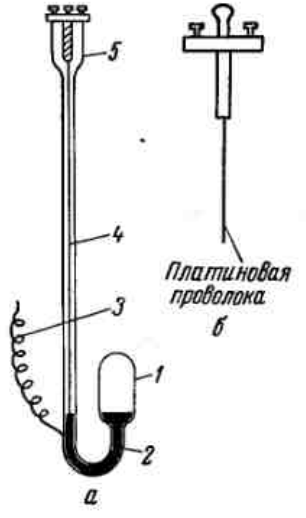


Рис. 283. Ртутно-толуоловый терморегулятор:

а — прибор; *б* — подвижный контакт; *1* — баллон; *2* — трубка; *3* — платиновая проволока; *4* — капилляр; *5* — расширенная часть капилляра.

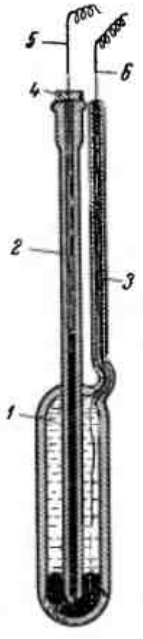


Рис. 284. Ртутно-толуоловый терморегулятор:

1 — баллон; *2* — толстостенная трубка; *3* — припаянная трубка; *4* — резиновая пробка; *5* — стальной стержень; *6* — платиновая проволока.



Рис 285. Контактный термометр-терморегулятор.

бы при изменении температуры на 10° С уровень ртути в капилляре изменился по меньшей мере на 1 *см*.

Контактный термометр. Контактный термометр (рис. 285) заменяет терморегулятор и термометр и может быть рекомендован во многих случаях для регулирования температуры.

Контактный термометр перед установкой в сушильный шкаф или термостат нужно настроить. Настройка заключается в том, что уровень ртутного мениска устанавливают на делении, соответствующем нужной температуре. Для этого перевертывают термометр концом *K* вверх и, постукивая конец *A* о ладонь, стряхивают некоторое количество ртути в капилляр термометра так, чтобы эта ртуть слилась с находящимся в капилляре столбиком ртути. После этого перевертывают термометр и смотрят, показывает ли столбик нужную температуру. Если этого еще нет, то операцию повторяют. Если же столбик показывает большую температуру, то осторожными ударами по концу *A* стряхивают излишек ртути. Никогда не следует ударять по ртутному резервуару термометра, так как он может сломаться.

Для присоединения к реле у контактного термометра имеются клеммы.

Если контактный термометр вставляют в сушильный шкаф, его следует обвернуть асбестом или же сделать пробку, соответствующую по размеру величине отверстия для термометра в шкафу. Для этого готовят густую асбестовую кашицу и обкладывают ею термометр так, чтобы получилась пробка. Затем, дав подсохнуть асбестовому слою на термометре, вставляют его в шкаф и, если нужно, подмазывают асбестовой кашицей.

В том случае, если измеряемая температура не будет превышать 100° С, вместо асбеста можно использовать чистую гигроскопическую вату. Лентой из ваты обертывают то место контактного термометра, на котором должна находиться пробка. Для лучшего уплотнения слоя ваты ее полезно смочить водой, а после этого обжать и высушить.

В термостат контактный термометр следует вставлять на корковой или резиновой пробке (см. гл. 3 «Пробки и обращение с ними»).

Газовые терморегуляторы. Устройство одного из газовых терморегуляторов приведено на рис. 286. Основное тело *1* газового терморегулятора помещают в термостат, сушильный шкаф или в другой нагреваемый прибор. Эта часть терморегулятора заполнена ртутью и имеет отвод *8*, в который вставлен на шайбе *6* регулировочный винт *7*. В верхнюю часть прибора вставлен тройник *3*. Газ поступает из проводки (от газового крана) в тройник, проходит

через вертикальный конец тройника в терморегулятор и из отвода *2* направляется к горелке.

Если температура поднимается немного выше нужного предела, столбик ртути увеличивается и закрывает отверстие вертикального конца тройника, газ при этом направится по трубке *4* и будет поступать в горелку слабой струей через стеклянный кран *5*, соединяющий тройник с верхней частью прибора узким отверстием. Тогда пламя горелки уменьшится. В тот момент, когда температура упадет ниже нужного предела, ртуть снова откроет доступ газу.

При помощи винта *7* можно настраивать терморегулятор очень точно.

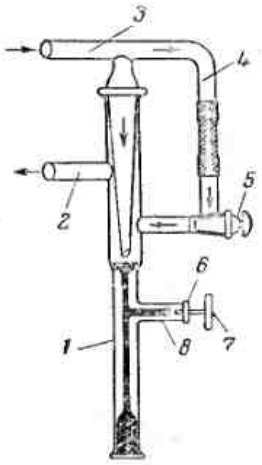


Рис. 286. Газовый терморегулятор:

1 — основное тело терморегулятора; *2* — отвод для выхода газа; *3* — газоподводящий тройник; *4* — газоотводная трубка; *5* — стеклянный кран; *6* — шайба; *7* — регулировочный винт; *8* — отвод.

ТЕРМОСТАТЫ

Термостатом называется прибор, позволяющий поддерживать в нем постоянную температуру.

Термостаты бывают жидкостные и воздушные.

Жидкостные термостаты. В жидкостных термостатах в подавляющем числе случаев теплоносителем служит вода, температуру которой регулируют при помощи специальных приспособлений.

На рис. 287 изображен один из современных жидкостных термостатов, температура в котором поддерживается с точностью $\pm 0{,}1^\circ$ С. Терморегулятор работает от сети переменного тока. Он может быть настроен на четыре уровня температуры, нужная температура достигается быстро без какого-либо дополнительного регулирования.

Прибор состоит из металлической пробки *7* с укрепленным на ней штативом *5*, по которому можно передвигать, независимо друг от друга, два плеча. В одном плече установлен электродвигатель *4* в вертикальном положении, а под ним укреплен нагревательный прибор *3*. Ось электродвигателя удлинена, проходит через центр нагревательного прибора и соединяется с лопастной мешалкой *2* для перемешивания воды. Во втором плече находится терморегулятор *6*. На передней стенке коробки установлена осветительная лампа *10*. На крышке прибора имеются две контрольные лампы *9* и три выключателя *8*: один — для включения прибора, второй — для включения осветительной лампы и третий — для переключения скоростей враще-

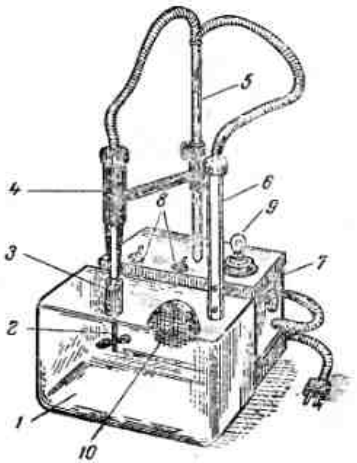


Рис. 287. Жидкостной термостат:

1 — стеклянный сосуд для воды; *2* — мешалка; *3* — нагревательный прибор; *4* — электродвигатель; *5* — штатив; *6* — терморегулятор; *7* — металлическая коробка; *8* — выключатели; *9* — контрольная лампа; *10* — осветительная лампа.

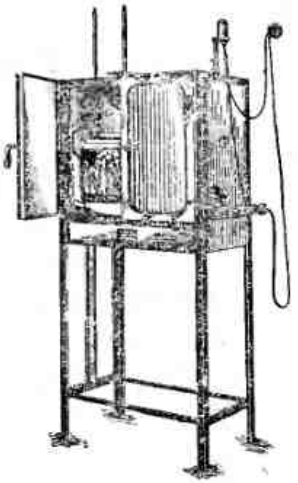


Рис. 288. Воздушный термостат с электрическим обогревом.

ния мешалки. Воду наливают в стеклянный сосуд *1*, куда опускают нагревательный прибор и терморегулятор.

Воздушные термостаты (рис. 288) по внешнему виду похожи на сушильные шкафы. Они бывают как с электрическим, так и с газовым обогревом и снабжаются терморегуляторами и термометрами. Обычно к термостату прилагается описание работы с ним.

Термостаты для низких температур (криостаты). Для сохранения легколетучих веществ в летнее время и для тех случаев, когда какое-либо вещество надо хранить при низкой температуре, устраивают специальные термостаты для низких температур (холодильники).

Холодильник (рис. 289) состоит из двухстенного деревянного корпуса *1*, пространство между стенками которого заполнено каким-либо изолирующим материалом. В верхней части холодильника помещен стальной, оцинкованный или цинковый ящик *4*, в который закладывают лед или охлаждающую смесь. Ящик *4* плотно закрывают двухстенной крышкой *3*, также имеющей изоляцию между стенками. Из ящика сделан отвод *5* с краном; через него периодически выпускают воду, образующуюся при таянии льда.

Охлаждаемые предметы помещают в холодильник через отверстие сбоку или сверху, закрывающееся тремя

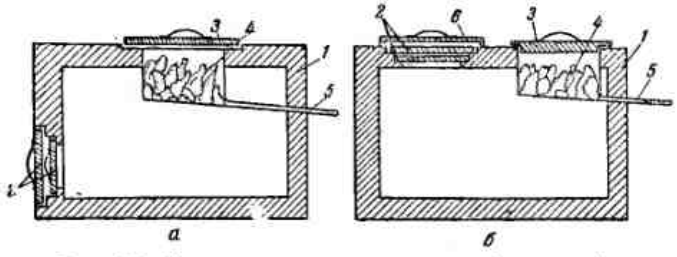


Рис. 289. Холодильник, или термостат (криостат):

а — термостат с загрузочным отверстием сбоку; *б* — термостат с загрузочным отверстием сверху; *1* — двухстенный корпус; *2* — отверстие с крышками; *3* — двухстенная крышка; *4* — стальной ящик с охлаждающей смесью; *5* — отвод; *6* — дополнительная крышка.

дверками или крышками *2* и в случае расположения загрузочного отверстия вверху имеющее дополнительную крышку *6*.

Применяя охлаждающие смеси, описываемые ниже (см. гл. 15), температуру в термостате можно держать ниже 0° С.

Очень удобно в качестве криостатов применять электрические холодильники. В электрическом холодильнике можно также получать лед в виде кубиков небольшого размера.

Сухой лед. В тех случаях, когда охлаждаемое вещество не взаимодействует с двуокисью углерода, полезно применять в криостатах так называемый сухой лед, являющийся твердой двуокисью углерода. Сухой лед имеет температуру —78° С, испаряется медленно, не оставляя какого-либо остатка.

Если стенки криостата имеют хорошую изоляцию, одна порция сухого льда может служить несколько дней.

Об измерении температуры см. Косткевич Б. В., Электронные приборы для измерения и регулирования температуры, Оборонгиз, 1953; Попов М. М., Термометрия и калориметрия. Изд. МГУ, 1954; Методы измерения температуры, Сборник статей под ред. В. А. Соколова, ч. 1 и 2, Издатинлит, 1954; Техника высоких температур, под общей ред. И. Э. Кэмбелла, Издатинлит, 1959; Алексеев Н. Г., Прохоров В. А., Чмутов К. В., Электронные приборы и схемы в физико-химическом исследовании, Госхимиздат, 1961.

Об измерении температур ниже 10 °К см. Орлова М. П., Астров Д. Н., Измерит. техн., № 8, 37 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 4Д13.

Об измерении температур между О и —200 °С платиновыми термометрами сопротивления см. Стрелков П. Г., Шаревская Д. И., Измерит. техн., № 6, 53 (1957).

Об измерении высоких температур см. Svoboda D., Sklář a keramik, **12**, № 7, 210, 51, 52, 54, 55 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 1М5.

О точном измерении температуры см. Hall L. A., Research, **11**, № 4, 147 (1958); РЖХим, **1958**, № 23, 192, реф. 77428.

О новом методе абсолютного измерения температуры импульсным шумовым термометром см. Бродский А. Д., Саватеев А. В., Измерит. техн., № 5, 21 (1960).

О точном методе измерения температуры с помощью шумового термометра см. Storm L., Z. angew. Phys., **14**, № 3, 117 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 4Б310.

Об измерении истинных температур методом относительной спектрорефлектометрии см. Свет Д. Я., Нарышкин С. П., Хмелевская Е. А., Измерит. техн., № 3, 42 (1966); РЖХим, **1966**, 24Д20.

О возможности измерения высоких быстро меняющихся температур пламени спектрофотометрическим методом см. Pytliński I., Pomiary, avtomat., kontrola, **10**, 49 (1964); РЖХим, **1965**, 7Д56.

Об оптических методах измерения температуры пламени см. Novobilský V., Dvořák J., Chem. listy, **55**, № 12, 1409 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 12Е23.

Об измерении температуры по инфракрасному излучению см. Chem. Process (Engl.), **11**, 42 (1965); РЖХим, **1966**, 10Д63.

О точном измерении температуры с помощью ЯМР см. Duerst R., Merbach A., Rev. Sci. Instr., **36**, 1896 (1965); РЖХим, **1966**, 15Д36.

Об измерении термистором малых разностей температур см. Гаджиев С. Н., Агарунов М. Я., Шарифов К. А., ЖФХ, **36**, № 4, 897 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 5ДВ.

О платиновом термометре сопротивления для низких температур см. Мотидзуки Такэси, Савада Сигэаки, Rept. Nat. Res. Lab. Metrol., **10**, № 3, 168 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 15Е26.

Об установке для измерения температуры по ядерному квадрупольному резонансу см. Соловьев В. И., Бродский А. Д.,

Приборы и техн. эксперим., № 2, 111 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 19Е3.

О термометрах сопротивления из свинцовистой латуни для измерения низких температур см. Михайлов Н. Н., Говор А. Я., Приборы и техн. эксперим., № 2, 180 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 22Е24.

О термометре из кристалла кварца см. Wade W. H., Slutsky L. J., Rev. Sci. Instr., **33**, № 2, 212 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 24Е73.

О термометре, основанном на измерении уровня жидкого гелия, см. Bendt P. J., Rev. Sci. Instr., **33**, № 7, 759 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 4Д14.

О портативных электротермометрах см. Школяр И. Ш., Вестн. техн. и эконом. инф., НИИ техно-эконом. иссл. Гос. ком-та хим. и нефт. пром. при Госплане СССР, вып. 9, 22 (1963); РЖХим, **1964**, 9Д43.

О дифференциальном электронном термометре см. Vilcu R., An. Univ. Bucuresti, Ser. Stiint., **11**, 37 (1962); РЖХим, **1964**, 19Д19.

О термисторном терморегуляторе повышенной чувствительности см. Ratcliff J. S., J. Chem. Ed., **39**, 637 (1962); РЖХим, **1964**, 20Д25.

Измерение температур при помощи кремниевых триодов описал Фогельсон И. Б., Приборы и техн. эксперим., № 4, 194 (1964); РЖХим, **1965**, 14Д39.

О тиратронном регуляторе температуры см. Лавут Э. Г., ЖФХ, **39**, № 4, 1035 (1956); РЖХим, **1965**, 23Д45.

Об измерении температур в лаборатории см. Vanvor H., Glas- und Instrum. Techn., 8, 171, 255 (1964); РЖХим, **1964**, 22Д30.

Об устройстве для измерения температуры в закрытых вращающихся колбах см. Lubbs E. K., J. Chem. Educ., **40**, 200 (1963); РЖХим, **1964**, 20Д26.

Обзор некоторых новых разработок в области термометрии см. Birr E., Feingerätetechnik, **12**, 270 (1963); РЖХим, **1964**, 4И131.

Об уходе за платиновыми термопарами см. РЖХим, **1959**, № 9, 164, реф. 31161.

О термохимических методах измерения температуры см. Гвоздев С. П., Ерунова А. А., Изв. вузов, Сер. химия и хим. технол., № 5, 154 (1958); РЖХим, **1960**, № 7, 177, реф. 26464; РЖХим, **1959**, № 8, 104, реф. 26752.

О простом терморегуляторе для стабилизации и программного изменения температуры см. Матвеев О. А., ЖПХ, **32**, № 2, 442 (1959).

Об автоматическом регуляторе температуры в пределах 30—600 °С с точностью ±0,01 °С (на базе электронного регистрирующего прибора ЭК-С-54) см. Блях Г. И., Горелкинский Ю. В., Гринман Н. Г., Соколова А. Я., Шуляр Б. Н., Зав. лаб., **26**, № 12, 1428 (1960).

О регулировании тепловых процессов см. Ерофеев А. В., Электронные устройства автоматического контроля и регулирования тепловых процессов, Госэнергоиздат, 1955.

О простом приборе для регулирования температуры в лабораторных условиях см. Пашковский М. В., Рыбалко В. В., Волженский Г. В., Приборы и техн. эксперим., № 6, 134 (1960).

Описание термостатов и терморегуляторов см. Оствальд—Лютер—Друкер, Физико-химические измерения, ч. I, Химтеоретиздат, 1935.

О лабораторных термостатах и криостатах см. Шатенштейн А. И., Криогенные газы как растворители, ч. 2, Изд. АН СССР, 1939; Чмутов К. В., Техника физико-химического исследования, 3-е изд., Госхимиздат, 1954; Муттик Г., Зав. лаб., **17**, № 11, 1403 (1951); Сарахов А. И., Изд. АН СССР, ОХН, № 1, 9 (1956); Батрукова М. Г., Москвитин Н. Н., Сарахов А. И., Зав. лаб., **24**, № 9, 1149 (1958); Михеев Н. Б., Глазков В. А., Приборы и техн. эксперим., № 4, 158 (1954); РЖХим, **1960**, № 4, 167, реф. 13258; Maxa J., Uhlíř Z., РЖХим., **1960**, № 13, 160, реф. 51848; Julíš J., Postler M., Hodek J., РЖХим, **1960**, № 14, 156, реф. 56894.

Описание и рисунок криостата для температур от —190 до 400 °С см. Anal. Chem., **32**, № 12, 1573 (1960).

О криостате для промежуточных температур см. Шимашек Е., Приборы и техн. эксперим., № 4, 173 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 5Е73.

О простом криостате см. Buchanan A. S., Creutzberg F., Austral. J. Chem., **14**, № 4, 526 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 15Е25.

О криостате для температур 150—250 °К см. Lawrance I. J., J. Sci. Instr., **39**, № 4, 171 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 18Е24.

О простом термостате с пропорциональным регулированием температуры см. Shanefield D., Rev. Sci. Instr., **32**, № 12, 1403, 6 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 13Е16.

О водяном термостате с терморегулятором на полупроводниках см. Андреев С. В., Мартенс Б. К., Трушинский А. Н., Зав. лаб., **27**, № 1, 118 (1961).

О простом низкотемпературном термостате с термистором в качестве датчика терморегулятора см. Rand M. J., Analyt. Chem., **34**, № 3, 444 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 17Е28.

О новых методах термостатирования в области низких и средних температур см. Wolser, Glas- und Instr. Techn., **5**, № 4, 110 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 18Е27.

О регулировании температуры лабораторных термостатов см. Proctor C. M., Instr. a. Control. Sist., **35**, № 5, 111 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 24Е69.

Глава 7

ИЗМЕРЕНИЕ ДАВЛЕНИЯ

Измерять давление газов и воздуха в лабораторной практике приходится в различных случаях: при перегонке под уменьшенным давлением, при работе с автоклавами, когда давление превышает атмосферное, при фильтровании под вакуумом и под давлением и пр.

За единицу измерения принято считать давление, развивающееся при равномерном распределении силы в 1 *ньютон* на поверхности в 1 $м^2$. В качестве единиц давления применяют *бар*, а также техническую атмосферу (*ат*) и физическую атмосферу (*атм*).

Таблица 11

Единицы давления

Единица давления	*н/м²*	*бар*	*ат*	*атм*	*мм рт. ст.* (торр)
1 *н/м²*	1	10^{-5}	$1{,}0197\ 10^{-5}$	$9{,}87\ 10^{-6}$	0.0075
1 *бар*	10^5	1	1,0197	0.987	750.06
1 *ат*	98066,5	0,981	1	0,968	735.56
2 *атм*	101325	1,01325	1,0332	1	760
1 *мм рт. ст.* (торр)	133.322	$1333{,}2 \cdot 10^{-6}$	0,00136	0,001316	1

В табл. 11 приведены соотношения между указанными величинами.

ПРИБОРЫ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ДАВЛЕНИЯ

В лабораторной практике применяют приборы для измерения давления — атмосферного и близкого к нему.

Хотя все эти приборы отличаются по конструкции, но принципиальной разницы между ними нет; все они измеряют силу, действующую на единицу поверхности. В качестве противодействия этой силе служит или столб жидкости, или сила пружины.

Приборы для измерения атмосферного и близкого к нему давления

Для измерения атмосферного или близкого к нему давления применяют барометры. Эти приборы показывают абсолютное давление воздуха. Шкала барометра ограничена областью измерения от 680 до 800 *мм рт. ст.* Барометры применяют для измерения давления в открытом пространстве.

Жидкостные барометры. Прибор (рис. 290) представляет собой закрытую с одного конца U-образную трубку, запаянный конец которой значительно длиннее открытого. Трубку заполняют ртутью; над ее слоем в запаянном конце трубки создается безвоздушное пространство. Столб ртути в запаянном длинном

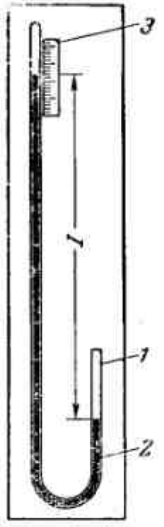


Рис. 290. Ртутный барометр:
1 — стеклянная трубка; *2*—ртутный столб; *3* — шкала.

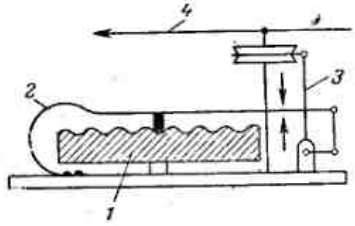


Рис. 291. Схема устройства коробчатого барометра:
1 — коробка с волнистой крышкой; *2* — пружина; *3* — система рычагов; *4* — стрелка.

конце имеет такую высоту, при которой вес этого столба уравновешивается весом столба атмосферного воздуха.

Между обоими коленами трубки установлена подвижная миллиметровая шкала; при ее помощи можно измерить разность высот в обоих коленах. Эта разность равна давлению воздуха, выраженному в миллиметрах ртутного столба.

При точных барометрических измерениях одновременно следует определять и температуру окружающего пространства. Это необходимо делать потому, что с изменением температуры изменяется плотность ртути вследствие

теплового расширения и изменения давления паров ее в закрытом конце трубки. Поэтому полученные барометрические значения требуют уточнения и исправления в соответствии со специальными таблицами поправок к барометру.

Существуют и более сложные формы жидкостных ртутных барометров.

Металлические барометры различают двух основных конструкций: коробчатые и трубчатые. У коробчатых барометров (рис. 291) давление воздуха действует на волнистую, очень эластичную крышку пустой металлической эвакуированной коробки.

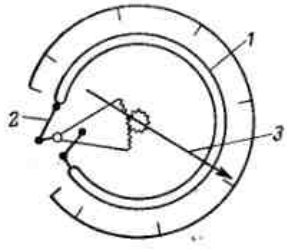


Рис. 292. Схема устройства трубчатого барометра:
1 — полая трубка; *2* — система рычагов; *3* — стрелка.



Рис. 293. Барограф.

У трубчатых барометров (рис. 292) давление воздуха действует на плоскую согнутую пустую внутри металлическую трубку — наружная поверхность ее больше, чем внутренняя. Небольшие колебания давления воздуха при помощи системы рычагов увеличиваются и указываются на шкале.

Самопишущие барометры, так называемые барографы (рис. 293), снабжены рычагом, который давит на писец, касающийся ленты диаграммы — давление — время, укрепленной на барабане. Барабан приводится в движение часовым механизмом, завод которого может быть суточным или недельным.

Приборы для измерения давления больше атмосферного

Для измерения давления больше атмосферного применяют манометры (так же иногда называют приборы и для определения давления ниже атмосферного — см. далее).

Жидкостные манометры бывают открытые и закрытые.

Открытые жидкостные манометры применяются двух видов: прямые и наклонные. Прямой (рис. 294) представляет собой открытую с обеих сторон U-образную трубку, один конец которой соединяют с системой с измеряемым давлением. Трубка наполнена запирающей жидкостью, в качестве которой служат вода или ртуть, а также силиконы. Преимуществом силиконов является то, что они не смачивают, как вода, стенок трубки и при этом более чувствительны, чем ртуть, к небольшим колебаниям давления.

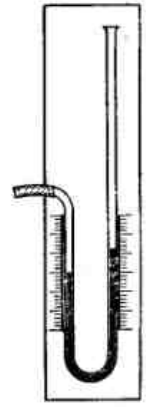


Рис. 294. Жидкостной открытый манометр, прямой.

Поскольку давление в системе выше атмосферного, столб ртути в правом колене (см. рис. 294) оказывается выше, чем столб ртути в левом колене. Разность их равна величине h, измеряемой по шкале.

Открытые манометры с наклонным коленом (рис. 295) обладают более высокой чувствительностью по сравнению с прямыми: в наклонном колене жидкость продвигается на большее расстояние, чем в вертикальном. Давление столба h (в *мм рт. ст.*) в этом случае вычисляют путем умножения длины столба жидкости l на синус угла наклона α, т. е. $h = l \sin \alpha$.

В закрытых жидкостных манометрах рабочим телом является газ, находящийся над запирающей жидкостью (ртуть) в закрытом колене (рис. 296). При измерении повышенного давления столб ртути в правом колене повышается и газ сжимается. Длину его столба измеряют по шкале. Недостатком этих манометров является то, что деления шкалы у них неравномерные, т. е. более узкие для более высокого давления.

Металлические манометры. Применяются манометры с пластинчатой пружиной (рис. 297), у которых, в отличие от барометров, вместо эвакуированной коробки имеется только эластичная крышка. На одну

сторону ее действует измеряемое давление (например, в автоклаве), на другую — атмосферное. Разность этих давлений указывается стрелкой на шкале.

Трубчатые пишущие манометры (рис. 298) снабжены согнутой незвакуированной трубкой, имеющей в разрезе эллиптическую форму. Эту трубку соединяют с сосудом, в котором должно быть измерено давление.

Распространены также специальные манометры, у которых на шкале имеется красная черта, указывающая предельное давление, которое может быть развито в аппарате или сосуде, снабженном таким манометром. При помощи системы рычагов и писца давление, развивающееся в аппарате, записывается на специальной круглой диаграмме или, если применен барограф, на плоской диаграмме давление — время.

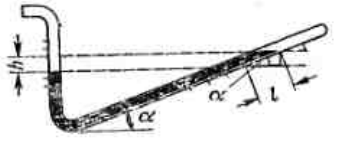


Рис. 295. Жидкостной открытый манометр, наклонный.

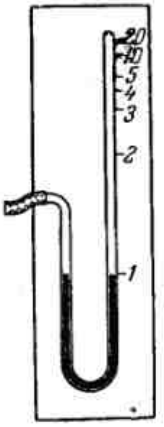


Рис. 296. Жидкостной манометр, закрытый.

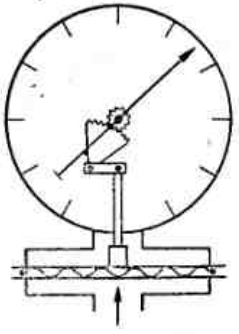


Рис. 297. Схема устройства металлического манометра с пластинчатой пружиной.

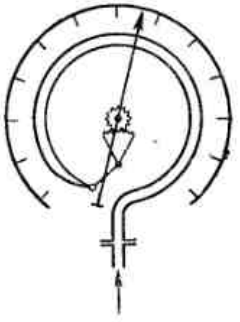


Рис. 298. Схема устройства металлического трубчатого манометра.

Приборы для измерения давления ниже атмосферного

Для измерения давления ниже атмосферного применяют вакуумметры. Существует несколько конструкций этих приборов, рассчитанных на определенные границы разрежения (вакуума).

Простые ртутные манометры (вакуумметры), которые применяют для контроля за процессом перегонки под вакуумом, представляют собой U-образную трубку и рассчитаны на диапазон давления от 0 до приблизительно 200 *мм рт. ст.* (рис. 299). Шкала может быть подвижной, тогда ее нулевую точку устанавливают на уровне мениска столба ртути в запаянном колене, или неподвижной. В этом случае для определения давления следует складывать расстояния между нулем и обоими менисками.

С такими манометрами (вакуумметрами) можно определять давление с точностью до 0,5 *мм рт. ст.*, если отсчитывать на глаз, и до 0,02 *мм рт. ст.*, если отсчет вести с помощью катетометра. Катетометр представляет собой горизонтальную зрительную трубу, передвигающуюся вертикально по станине, установленной строго вертикально. С помощью шкалы, которой снабжена станина, и нониуса положение трубы может быть определено с точностью до 0,01 *мм*. При отсчетах трубу нужно устанавливать так, чтобы горизонтальная нить, натянутая по диаметру окуляра, всегда совпадала с верхним краем мениска ртути. Замер производят несколько раз, после чего находят среднее арифметическое из всех отсчетов. Давление будет равно разности средних величин, определенных для каждого из менисков манометра (вакуумметра).

Для измерения высокого вакуума, т. е. очень малых давлений, порядка 10^{-6} *мм рт. ст.*, применяют другие приборы. Из них часто пользуются манометром Мак-Леода (рис. 300) Этот прибор верхним концом трубки *б* припаивают к той части установки, в которой нужно измерять давление. Для измерения давления медленно открывают кран *3*, впуская внешний воздух в резервуар *1*.

Под действием атмосферного давления ртуть поднимается, заполняя баллон *5*, в котором до этого было давление, равное давлению в установке. Нужно помнить, что ртуть в приборе должна подниматься очень медленно. Это важно потому, что при быстром подъеме возможны аварии вследствие толчков или ударов ртути о стенки прибора. Для облегчения регулирования впуска воздуха через

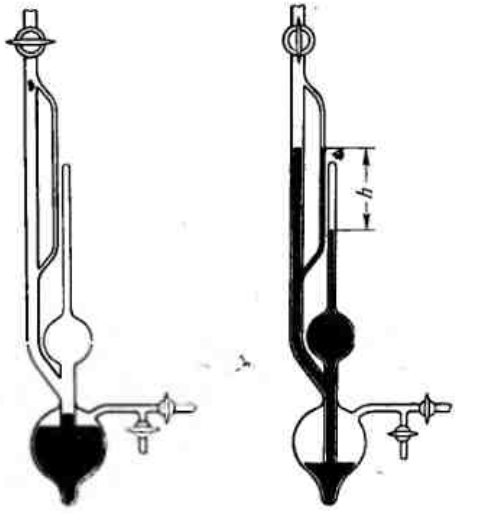


Рис. 299. Простой ртутный манометр (вакуумметр):
а — исходное положение; *б* — положение при измерении.

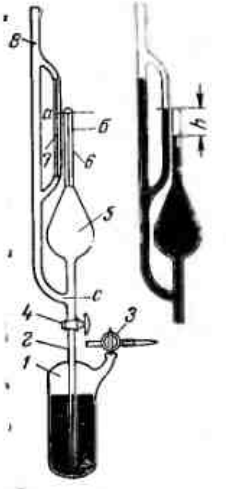


Рис. 300. Манометр Мак-Леода (вакуумметр):
1 — резервуар для ртути; *2*, *8* — трубки; *3*, *4* — краны; *5* — баллон; *6*, *7* — капилляры.

кран *3* его входное отверстие следует соединить резиновой трубкой с капилляром. Через этот капилляр воздух будет поступать в прибор с требуемой скоростью. Регулировать скорость подъема можно также при помощи крана *4*.

Когда баллон *5* заполнится ртутью, находящийся в нем ранее газ будет сжат в капилляре *6*. Поэтому измеряемое давление можно вычислить по формуле Бойля — Мариотта, исходя из того, что объем сжатого газа V_1 и его давление P_1 известны, как известен и объем газа V_0 до сжатия:

$$P_0V_0 = P_1V_1$$

Объем газа до сжатия равен сумме емкостей баллона *5*, широкой трубки выше метки *с* и капилляра *6*. Эти величины должны быть определены еще до того, как манометр будет впаян в установку*.

Давление сжатого газа находят по разности уровней ртути в капиллярах *6* и *7*.

Для оборудования обычного манометра Мак-Леода требуется от 5 до 10 *кг* ртути. Поэтому необходимо очень осторожно обращаться с прибором, так как всегда есть опасность разбить его и разлить ртуть. Более безопасные условия работы создаются при использовании мано-

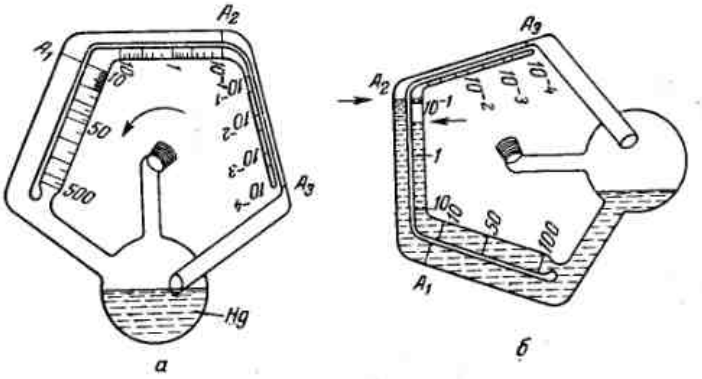


Рис. 301. Манометр Мозера (вакуумметр):
а — исходное положение; *б* — положение при измерении.

метра (вакуумметра) Мозера, который заполняется значительно меньшим количеством ртути (рис. 301). Манометр Мозера действует по тому же принципу, что и манометр Мак-Леода, но для его наполнения требуется всего лишь 80—300 *г* ртути. Эти приборы имеют чаще всего три области измерения: от 500 до 10 *мм рт. ст.*, от 10^{-1} до 10 *мм рт. ст.* и от 10^{-1} до 10^{-4} *мм рт. ст.*

При помощи шлифа прибор соединяют с аппаратом, в котором требуется измерить давление. При измерении манометр поворачивают против часовой стрелки до тех

---

* Подробное описание метода определения этих величин см. Герасимов Я. И., Древинг В. П., Комаидин А. В., Химическая термодинамика, Изд. МГУ, 1951.

пор, пока ртутный мениск во внешней трубке не достигнет некоторого предельного уровня. По уровню мениска ртути во внутреннем колене, снабженном логарифмической шкалой, определяют давление в системе (в *мм рт. ст.*) Перед каждым отсчетом манометр (вакуумметр) следует вначале привести в исходное положение, т. е. шар должен быть опущен вниз.

Другие способы измерения вакуума

Кроме описанных, существует еще несколько способов определения высокого вакуума. Так, вакуумметр Пирани основан на зависимости теплопроводности газов от давления. В ионизационных вакуумметрах Пеннинга использовано образование ионов при столкновении молекул газа с электронами. Мольный вакуумметр Геде основан на измерении силы удара молекул газа. Все эти приборы позволяют измерять давление до 10^{-6} *мм рт. ст.* Работа с этими вакуумметрами подробно описана в инструкциях, приложенных к приборам.

Регуляторы давления, или маностаты

При вакуум-перегонке очень важно поддерживать постоянное разрежение, так как при этом можно проводить операцию при совершенно определенной температуре кипения, являющейся характерной для перегоняемого вещества при достигнутом вакууме.

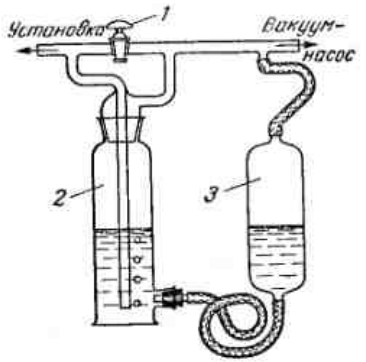


Рис. 302. Схема маностата, работающего по гидростатическому принципу.

Существует несколько способов регулирования давления. В качестве регуляторов давления используют различные **маностаты**. Наиболее распространенными являются маностаты, в основе работы которых лежит гидростатический принцип. На рис. 302 показана одна из многочисленных конструкций маностатов, применяемых для регулирования давления. Прибор представляет собой промывную склянку с нижним тубусом 2, соединенную через уравнительный сосуд *3* с вакуум-насосом. Кран *1* остается открытым до тех пор, пока не будет достигнуто нужное разрежение, затем его закрывают. Если в процессе работы давление в перегонной установке повысится, то в промывную склянку через слой жидкости поступит такое количество газа, что разность давлений снова окажется постоянной.

Нужная разность давлений, а следовательно, и давление в аппаратуре устанавливаются путем регулирования высоты положения уравнительной склянки *3*.

В случае использования в качестве маностатной жидкости ртути область применения маностата значительно расширяется, однако при этом регулирование давления будет не очень точным. Для точного регулирования лучше всего применять масло для вакуумных насосов или силиконы.

Глава 8

ПОЛУЧЕНИЕ ВАКУУМА

Современная техника позволяет создавать вакуум (остаточное давление) порядка 10^{-8}—10^{-10} *мм рт. ст.* Однако при обычных лабораторных работах такой вакуум не требуется, он бывает нужен только при особых работах.

Целесообразно выделить следующие виды вакуума: обычный — до 5 *мм рт. ст.*, средний — до 10^{-3} *мм рт. ст.*, глубокий — меньше 10^{-3} *мм рт. ст.*

Вакуум достигается при помощи вакуум-насосов, и для достижения того или иного вакуума применяются соответствующие насосы, отличающиеся по конструкции или по принципу действия.

Обычный вакуум

Для создания обычного вакуума применяют уже упоминавшиеся водоструйные вакуум-насосы (см. стр. 65). Действие их основано на том, что давление жидкости, протекающей по трубе, при уменьшении диаметра уменьшается, но скорость движения струи возрастает. Вода из водопровода протекает через конически суживающуюся трубку, из сопла которой она поступает в другую, расположенную ниже, трубку и выливается наружу. В сужении первой трубки свободная струя воды также сужается, поэтому здесь преобладает очень высокая скорость и небольшое давление. При этом воздух захватывается струей и выводится наружу.

Этими насосами можно достичь остаточного давления, не превышающего давления насыщенных паров воды при данной температуре. В табл. 12 приведены значения давления паров воды при некоторых температурах.

Таблица 12

Зависимость давления паров воды от температуры

Температура °С	Давление паров *мм рт. ст.*	Температура °С	Давление паров *мм рт. ст.*
30	31,8	—10	2,9
20	17,5	—20	$7{,}7 \cdot 10^{-1}$
10	9,2		
0	4,6		

Как видно из таблицы, чем ниже температура водопроводной воды, тем более низкого вакуума можно достичь при помощи водоструйного насоса.

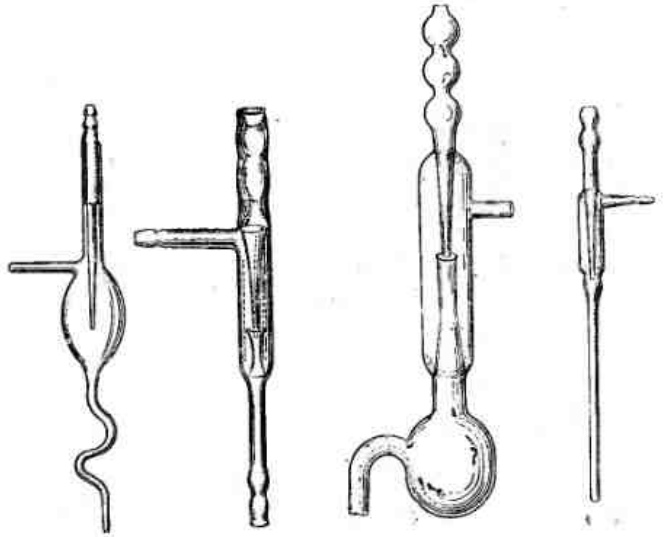


Рис. 303. Водоструйные стеклянные вакуум-насосы.

При выборе конструкции водоструйного насоса следует обращать внимание на экономическую целесообразность прибора, т. е. на расход воды в литрах в 1 *мин*.

Водоструйные стеклянные насосы бывают самой разнообразной формы (рис. 303).

Водоструйные насосы через насадку прикрепляют к водопроводному крану (рис. 304).

На верхний конец насоса надевают толстостенную резиновую трубку или лучше прорезиненный шланг длиной 10 *см*, который в двух-трех местах прикрепляют мягкой (отожженной) железной проволокой, чтобы не просачивалась вода. Свободный конец резиновой трубки надевают на насадку крана и также в двух-трех местах сильно стягивают проволокой. Когда насос прочно прикреплен, его проверяют; для этого водопроводный кран постепенно открывают и закрывают отверстие бокового отростка пальцем. Если палец присасывается быстро — насос исправен, если же присасывается плохо или совсем



Рис. 304. Насадка к водопроводному крану для крепления водоструйных насосов.

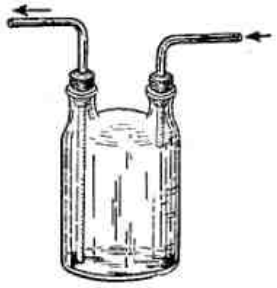


Рис. 305. Предохранительная склянка к водоструйному насосу.

не присасывается — насос для работы негоден, и его заменяют другим.

На боковой отросток надевают толстостенную резиновую, так называемую вакуумную трубку подходящего размера. Если же толстостенной трубки нет, можно воспользоваться стеклянной трубкой подходящего диаметра, которую соединяют одним концом с вакуум-насосом, а другим с прибором, в котором создается вакуум. Для соединения можно применять обычные резиновые трубки, но при этом стеклянные трубки должны соприкасаться друг с другом в стык.

Для большей гибкости стеклянную трубку можно разрезать на куски длиной по 15 *см* и соединить их между собой, как описано выше.

После долгой работы в вакуум-насосе скапливаются окислы железа, которые могут закупорить отверстие внутренней трубки, через которую вытекает вода. Поэтому рекомендуется хотя бы один раз в год разобрать насос и промыть его разбавленной соляной кислотой до полного удаления желтых пятен.

Резиновая трубка, надетая на боковой отросток, никогда не должна соединяться непосредственно с тем сосудом, из которого удаляют воздух. Между насосом и сосудом должна находиться предохранительная склянка Вульфа (см. стр. 78), так как при падении давления в водопроводной сети вода из насоса начинает переливаться через боковой отросток и при отсутствии предохранительной склянки попадает в сосуд, из которого удаляют воздух. В предохранительную склянку (рис. 305) через резиновую пробку вставляют почти до дна стеклянную трубку, на наружный конец которой надевают резиновую трубку, соединяющую предохранительную склянку с водоструйным насосом. В другую пробку также вставляют стеклянную трубку, выступающую на 2—3 *см* из узкого конца пробки; эту трубку соединяют с колбой Бунзена.

Если вода начнет поступать в предохранительную склянку, сосуд, из которого удаляют воздух, нужно осторожно выключить и, не закрывая водопроводного крана, дать насосу работать некоторое время вхолостую. При этом вода из предохранительной склянки полностью удалится.

Вместо короткой стеклянной трубки для оборудования склянки Вульфа лучше применить трехходовой кран. В этом случае при заполнении предохранительной склянки водой не нужно разнимать всей системы, достаточно повернуть кран так, чтобы предохранительная склянка была соединена с атмосферой, а сосуд, из которого удаляют воздух, был изолирован от нее.

В качестве предохранительной склянки можно применять трехгорлую склянку. В этом случае берут два стеклянных крана, один из которых вставляют в среднее горло, а другой помещают между склянкой и прибором. При такой системе вначале закрывают кран трубки, соединяющей предохранительную склянку с прибором, а затем открывают кран средней трубки, давая доступ воздуха в склянку.

Предохранительную склянку можно заменить приспособлением (рис. 306), включаемым между водоструйным насосом и эвакуируемым сосудом. Когда вода из водоструйного насоса потечет по направлению к эвакуируемому сосуду, цилиндрик *1* всплывет и прижмется к шлифу *2*, — таким образом, дальнейшее поступление воды прекратится.

Очень удобно это устройство припаять в вертикальном положении к отростку водоструйного насоса.

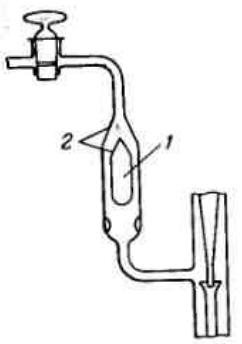


Рис. 306. Предохранительное приспособление к водоструйному насосу:
1 — цилиндрик; *2* — шлифы.

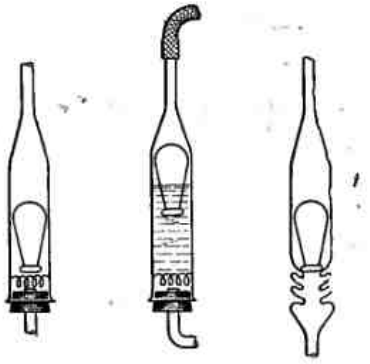


Рис. 307. Предохранительное приспособление к водоструйному насосу.

Простые предохранительные приспособления показаны на рис. 307. Внутри стеклянной трубки (рис. 307, *а*) диаметром 22 *мм* и длиной 100 *мм*, имеющей в верхней части сужение, помещают резиновый баллончик от глазной пипетки длиной 40—50 *мм*. Широкий конец стеклянной трубки закрывают резиновой пробкой с вставленной в нее трубкой для присоединения к водоструйному насосу. На пробке внутри трубки помещена металлическая спираль, служащая опорой для резинового баллончика. Если в трубку поступает вода, баллончик всплывает и закрывает узкую часть трубки, препятствуя попаданию воды в прибор, из которого откачивают воздух.

Резиновая пробка на конце приспособления, обращенном к водоструйному насосу, может быть заменена устройством, показанным на рис. 307, *б*.

Вместо описанных предохранительных приспособлений можно использовать тройник, один конец которого соединяют с колбой Бунзена, противоположный конец — с водоструйным насосом, а на третий — насаживают кусок резиновой трубки с винтовым зажимом или же со стеклянным краном. Чтобы прекратить отсасывание, достаточно впустить воздух в систему через третью трубку, открыв для этого кран или отвинтив зажим.

Кроме стеклянных вакуум-насосов встречаются и металлические. Они бывают нескольких типов, отличающихся по способу прикрепления к водопроводному крану и по конструкции.

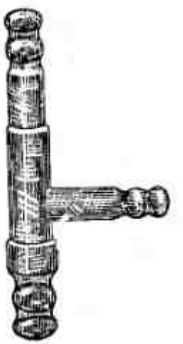


Рис. 308. Металлический водоструйный вакуум-насос.

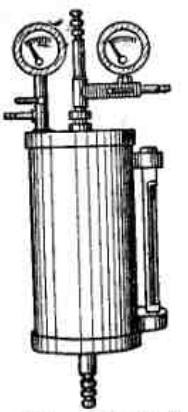


Рис. 309. Водяной металлический вакуум-насос.

Металлические вакуум-насосы в работе очень удобны и во многом лучше стеклянных. Они не так часто ломаются, и при засорении их проще очистить, чем стеклянные.

Для правильной работы водоструйных насосов очень важно, чтобы напор в водопроводной сети был постоянным. Для обеспечения этого предложено специальное устройство*.

Простейший металлический вакуум-насос (рис. 308) прикрепляют к крану так же, как и стеклянные вакуум-

* Pavelka F., Chromiček R., Chem. prům., **4**, № 2, 65 (1954); РЖХим, **1957**, № 3, 301, реф. 8741.

насосы, т. е. при помощи толстостенной резиновой трубки. На отводной конец его надевают резиновую трубку. Иногда насосы этой конструкции имеют кран, при помощи которого можно изолировать сосуд, из которого откачивают воздух.

На рис. 309 показан водяной металлический вакуум-насос, который одновременно может служить и воздуходувкой. При помощи этого насоса можно получить разрежение до 60 *мм рт. ст.*, а при использовании его в качестве воздуходувки можно создать давление до 1 *атм*. Вакуум-насос состоит из цилиндрического сосуда (из луженого железа), в крышке которого вделана латунная арматура и трубка для подачи воды. Эта трубка снабжена всасывающим патрубком с вакуумметром и краном. Насадка, для дутья воздуха, с краном и манометром укреплена на левой стороне крышки. В нижней донной части прибора находится трубка для сливания воды из насоса. Сбоку прибора имеется водомерная трубка.

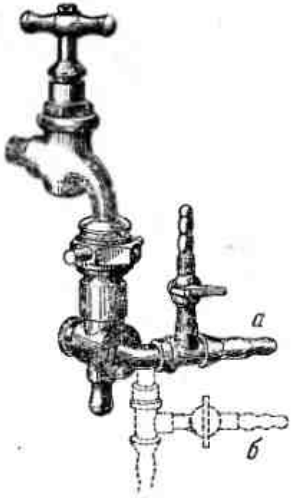


Рис. 310. Вакуум-насос с накидной гайкой:
а — в нерабочем положении; *б* — в рабочем положении.

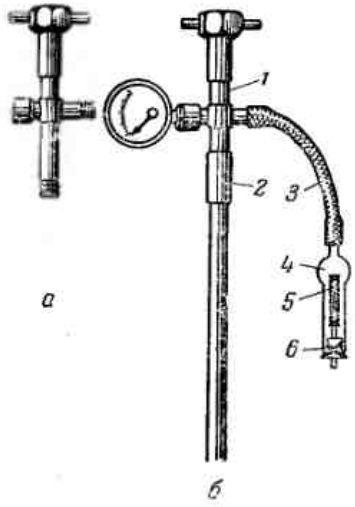


Рис. 311. Металлический водоструйный насос с предохранительным клапаном:
а — необорудованный насос; *б* — оборудованный насос; *1* — насос; *2* — трубка насоса; *3* — толстостенная резиновая трубка; *4* — хлоркальциевая трубка; *5* — предохранительный клапан; *6* — пробка.

Вакуум-насос более совершенной конструкции (рис. 310) прикрепляют к водопроводному крану накидной гайкой с резиновой прокладкой для плотного соединения. В положении *а* — насос выключен, в положении *б* — насос в рабочем состоянии.

Вакуум-насос, показанный на рис. 311, прикрепляют к водопроводному крану также навинчиванием. Этот насос может быть снабжен вакуумметром, показывающим степень разрежения, создаваемого насосом. Насос оборудуют предохранительным клапаном (рис. 311, *б*), заменяющим предохранительную склянку и устроенным по принципу клапана Бунзена. На трубку насоса *1* надевают толстостенную резиновую трубку *3*, в другой конец которой вставляют хлоркальциевую трубку *4*; внутри последней на пробке *6* укреплен предохранительный клапан *5*. Он имеет небольшой прорез в верхней части, открывающийся в сторону насоса. При нормальной работе воздух из эвакуируемого сосуда легко проходит в сторону насоса. Если же по какой-либо причине отсасывание прекращается, клапан сам собой закрывается. Такое приспособление можно применить и при работе с обычным водоструйным насосом.

Средний вакуум

Для достижения вакуума менее 5—10 *мм рт. ст.* водоструйный насос непригоден, и вместо него применяют различные типы ротационных или золотниковых масляных насосов.

Принципиальная схема такого насоса показана на рис. 312. В цилиндрическом корпусе *1* эксцентрично расположен ротор *2*, вращающийся по направлению стрелки. Размер ротора меньше, чем размер внутренней полости корпуса *1*. По его диаметру сделана прорезь, в которую вставлены две металлические пластинки *3*, прижимаемые спиральной пружиной к внутренней стенке корпуса и скользящие по ней. По маслопроводу *8* масло (веретенное, марки М) вытекает в зазор *9*. Масло, с одной стороны, служит смазкой поверхности скольжения, а с другой—играет важную роль, заполняя вредное пространство над пластинками *3*, между корпусом и ротором. При вращении ротора через канал *4* всасывается в пространство *6*. Захваченный газ сжимается пластинкой *3* и через клапа-

ны 5 и 7 удаляется из системы. Этот цикл повторяется при каждом обороте ротора. Таким образом, создается вакуум, величина которого может достигать порядка 10^{-2}—10^{-3} *мм рт. ст.*

Работа с насосами описываемого типа требует постоянного наблюдения, так как при внезапной остановке насоса вследствие прекращения подачи электроэнергии,

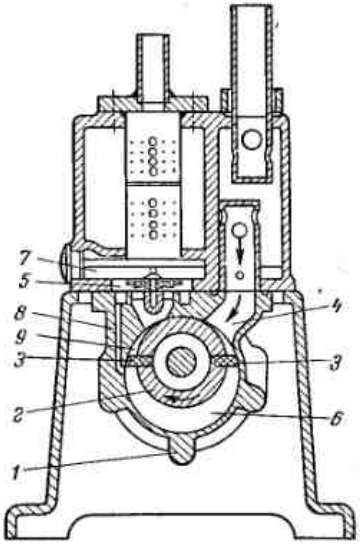


Рис. 312. Схема устройства ротационного, или золотникового, насоса:

1 — цилиндрический корпус; *2* — ротор; *3* — металлические пластинки; *4* — канал; *5, 7* — клапаны; *6* — пространство; *8* — маслопровод; *9* — зазор.

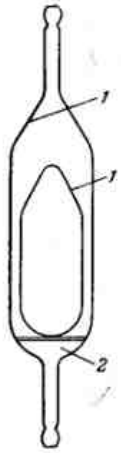


Рис. 313. Автоматически запирающийся клапан для масла:

1 — шлиф; *2* — упругая мембрана.

срыва ремня и других причин масло из насоса может переброситься в откачиваемое пространство. Чтобы избежать подобных аварий, между насосом и вакуумной установкой помещают автоматически запирающийся клапан (рис. 313), а между ним и установкой — ловушку для пены, которую нужно ставить ближе к клапану.

Имеются насосы, снабженные предохранительным клапаном, который не пропускает масло в аппарат. В паспорте к насосу можно найти соответствующие указания.

На работу масляного насоса в большой степени влияет качество используемого масла: оно не должно содержать даже малолетучих примесей. Кроме того, нередко отсасываемый воздух или другой газ могут содержать пары воды или иных примесей. Водяные пары во время сжатия газа конденсируются еще до достижения атмосферного давления и в результате образуется масляно-водяная

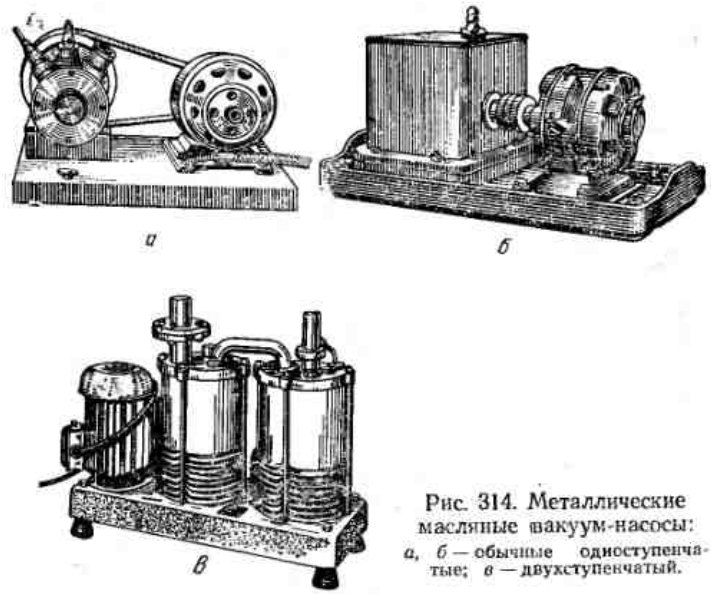


Рис. 314. Металлические масляные вакуум-насосы:

а, б — обычные одноступенчатые; *в* — двухступенчатый.

эмульсия. Из эмульсии вода снова испаряется. Для предотвращения этого в насосах Геде применяется особое приспособление — «газовый балласт». Конденсация паров воды в отсасываемом воздухе предотвращается или уменьшается, если в пространство *6* во время фазы сжатия вводить атмосферный воздух. При этом атмосферное давление создается раньше, чем начинается конденсация. Таким образом, внезапное падение давления паров происходит без предварительной конденсации. Введенное количество газа называют газовым балластом, а насосы с таким устройством — газобалластными. Однако применение этого устройства ухудшает конечное значение вакуума.

Перед заполнением насоса масло, еще не применявшееся для работы или загрязненное при эксплуатации, нужно слегка прогреть под вакуумом, создаваемым водоструйным насосом до исчезновения пены. Можно нагревать и без вакуума, но в этом случае температуру нагревания следует довести до 150 °С и выше. При смене масла насос промывают керосином, и в крайнем случае — чистым маслом.

Кроме одноступенчатых масляных вакуум-насосов существуют и двухступенчатые (рис. 314), позволяющие создавать более глубокий вакуум.

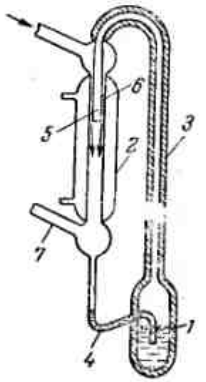


Рис. 315. Стеклянный ртутный диффузионный насос.

Глубокий вакуум

Для достижения глубокого вакуума, например порядка 10^{-6} *мм рт. ст.*, используют так называемые диффузионные насосы. Различают два основных типа диффузионных насосов: ртутные и масляные. Они бывают одноступенчатыми и многоступенчатыми, чаще всего двухступенчатыми. Принцип устройства обоих типов практически одинаков.

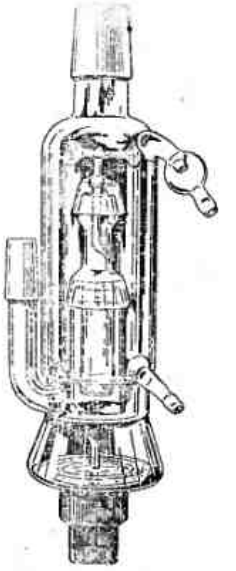
На рис. 315 показана схема стеклянного диффузионного ртутного насоса. Он состоит из резервуара *1* с ртутью, соединенного с холодильником *2*. Ртуть доводят до кипения нагреванием газовой горелкой или электропечью. Пары ртути поднимаются по трубке *3*, поступают в холодильник, в котором конденсируются и возвращаются в резервуар *1* по трубке *4*. Принцип действия насоса основан на том, что вследствие частичной конденсации паров ртути внутри холодильника вблизи конца трубки *5* давление паров ртути (или иной жидкости) оказывается пониженным. Поэтому газ, находящийся в трубке *6*, диффундирует в область с пониженным давлением и затем по трубке *7* уносится к форвакуумной части установки.

При сравнительно большом давлении в установке пары ртути, выходящие из трубки *5*, сталкиваясь с молекулами газа, находящимися около конца этой трубки, отражаются по всем направлениям. Газ, находящийся в трубке *6*, при этом диффундирует во встречный поток

паров ртути, еще не успевшей сконденсироваться. Применять диффузионный ртутный насос в таких случаях не следует.

При работе диффузионного насоса необходимо очень внимательно следить за правильным охлаждением конденсационной части. Подавать воду в холодильник следует до начала нагревания печи под резервуаром со ртутью и отключать после прекращения кипения ртути. Однако включать обогрев насоса следует только после того, как форвакуум уже будет создан.

При любом нарушении работы установки следует немедленно выключить нагревание ртутного насоса и до его полного охлаждения ничего не предпринимать для исправления ошибки или аварии. Причинами аварии могут быть: перегрев холодильника в результате остановки или замедления поступления воды, поломка холодильника вследствие усиления тока воды через горячий прибор. Если давление в установке повысится, кипение ртути прекратится, а ее температура начнет подниматься. Авария может произойти и при внезапном вскипании перегретой ртути.


Рис. 316. Стеклянный высоковакуумный масляный двухступенчатый диффузионный насос.

Для получения вакуума порядка 10^{-6} *мм рт. ст.* необходимо установить последовательно два одноступенчатых насоса или один двухступенчатый.

На рис. 316 показан двухступенчатый масляный высоковакуумный диффузионный насос с внутренним электрообогревом. Масла в него следует заливать не более 60—70 $см^3$. Нужно следить за тем, чтобы нагревательная спираль была полностью покрыта диффузионным минеральным слоем толщиной до 2 *мм*. Избыток масла может препятствовать нормальному ходу работы, так как вызывает задержку кипения. Примерно после 15-минутного разогревания диффузионный насос начинает работать. Если требуется отключить насос, сперва отключают электронагрев, дают маслу остыть приблизительно до 40 °С

и лишь тогда выключают охлаждение и проветривают насос.

Диффузионное масло нужно время от времени заменять свежим. О пригодности диффузионного масла можно судить по его окраске: сильно окрашенное масло для работы непригодно.

После удаления масла из прибора внутреннюю часть насоса промывают четыреххлористым углеродом. Перед наполнением насоса маслом все остатки растворителя должны быть полностью удалены.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О современных методах получения сверхвысокого вакуума см. Рейхрудель Э. М., Смирницкая Г. В., Ж. техн. физ., **33**, № 12, 1405 (1963).

О малогабаритной конструкции вакуумного титанового насоса см. Пономарев В. П., Приб. и техн. экспер., № 6, 143 (1963); РЖХим, **1964**, 10Д31.

Вакуумный агрегат безмасляной откачки с магниторазрядным насосом. См. Рудницкий Е. М., Селях Г. С., Приб. и техн. экспер., № 6, 141 (1963); РЖХим, **1964**, 10Д32.

О высоковакуумных ловушках к паромасляным диффузионным насосам см. Барышова Н. М., Приб. и техн. экспер., № 6, 139 (1965); РЖХим, **1964**, 14Д25.

О насосе с ртутным поршнем см. Davis A. J., Ogilvie G. A., J. Sci. Instr., **43**, № 2, 116 (1966); РЖХим, **1966**, 15Д27.

О триодном магниторазрядном насосе с охлаждаемыми электродами см. Виноградов М. И., Рудницкий Е. М. Приб. и техн. экспер., № 2, 108 (1966); РЖХим, **1966**, 22Д28.

Трентеленбург Э., Сверхвысокий вакуум, пер. с немецкого, Изд. «Мир», 1966.

Об установке, отличающейся малыми габаритами, простотой конструкции и изготовления, позволяющей получать вакуум порядка 10^{-9} *мм рт. ст.*, см. Азерб. хим. ж., № 1, 116 (1966).

Глава 9

ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ И СМЕШИВАНИЕ

Измельчение твердых веществ и смешивание как твердых, так и жидких веществ в практике химических лабораторий проводится часто. Все твердые материалы, поступающие в лабораторию для анализа, обязательно измельчают. Для отбора средней пробы также неоднократно измельчают исследуемое вещество. Перед приготовлением растворов твердые вещества также полезно измельчить.

ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ

Измельчение твердых материалов можно проводить вручную или механически*. Небольшие количества веществ, порядка десятков граммов, можно измельчать вручную, но количества свыше 100 *г* целесообразнее измельчать механически при помощи специальных приборов или машин.

Ручное измельчение

Ступки. Для ручного измельчения твердых материалов применяют различные ступки: стальные, чугунные, бронзовые, латунные, стеклянные, фарфоровые и агатовые. Выбор ступки зависит от твердости вещества, которое нужно измельчить. Твердость материала, из которого сделана ступка, должна быть больше твердости измельчаемого вещества. Это необходимо потому, что если твердость последнего больше твердости материала ступки, она быстро срабатывает и измельчаемое вещество засоряется материалом, из которого сделана ступка.

* Здесь не рассматриваются методы измельчения с помощью ультразвука.

Грубое, предварительное дробление или измельчение больших кусков можно сделать в стальных ступках или даже ударами стального молотка, или же на стальных или чугунных плитах при помощи специально приспособленного тяжелого песта.

Тонкое истирание больших количеств твердого материала проводят стальным башмаком массой до 6 *кг* на чугунной или стальной плите.

Стальную ступку Абиха (рис. 317) применяют для измельчения небольших количеств твердого

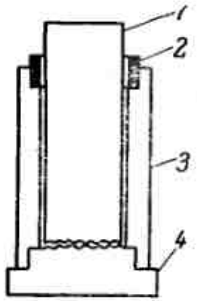


Рис. 317. Стальная ступка Абиха:
1 — пестик; *2* — кольцо; *3* — цилиндр; *4* — основание ступки.

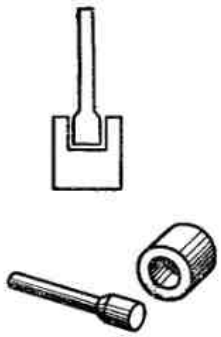


Рис. 318. Ступка для очень малых количеств вещества.

вещества. Конец стального пестика *1*, соприкасающийся с измельчаемым веществом, иногда имеет насечку. В нижнюю часть цилиндра *3*, вставленного в углубление основания *4*, помещают вещество, подлежащее измельчению, вставляют кольцо *2*, если оно имеется, и пестик *1*. Вначале сильным ударом молотка по пестику раздробляют материал, затем, поворачивая и нажимая пестик, проводят дополнительное измельчение и растирание материала.

Имеются и упрощенные стальные ступки, представляющие собой небольшие толстостенные сосуды с пестиком. Такие ступки (рис. 318) используют для измельчения очень малых количеств вещества при полумикрохимических анализах.

Агатовые ступки (рис. 319) бывают разных размеров и рассчитаны на измельчение от нескольких долей грамма до нескольких граммов вещества. Вследствие большой твердости агатовые ступки срабатываются очень медленно. Работа с агатовой ступкой может быть механизирована (см. стр. 352).

Фарфоровые ступки (рис. 320) пользуются наибольшим распространением в лабораториях. Такие ступки представляют собой полушаровидную толстостенную чашку с фарфоровым пестиком. Перед работой ступку тщательно моют. Вещество, подлежащее размельчению, насыпают с таким расчетом, чтобы ступка была заполнена



Рис. 319. Агатовая ступка с пестиком.



Рис. 320. Фарфоровая ступка с пестиком.

не больше чем на $^1/_3$ ее объема. Осторожными ударами пестика разбивают крупные куски вещества, доводя их до размеров не больше горошины, а затем медленно растирают круговыми движениями, не очень сильно прижимая пестик к стенкам ступки. По мере размельчения скорость движения пестика можно увеличть, но так, чтобы частицы вещества не выбрасывались из ступки.

Никогда не следует насыпать полную ступку. Если насыпать в ступку измельчаемое вещество в количестве большем, чем указано выше, затрудняется измельчение и, кроме того, при растирании пестиком измельчаемое вещество будет высыпаться через края.

Во время измельчения вещество периодически счищают со стенок и пестика шпателем, собирают к центру ступки и только после этого продолжают измельчение. Когда будет достигнута нужная степень измельчения, шпателем счищают вещество вначале с пестика, затем с внутренней стенки ступки и пересыпают измельченное вещество в заготовленную заранее банку или же сразу используют полученный порошок для намеченной работы.

Ступку и пестик после работы нужно хорошо вымыть. Если внутренняя стенка ступки и пестик не очищаются обычными приемами, то ступку очищают механическим путем. Для этого в ступке растирают немного поваренной соли. Через некоторое время соль удаляют и ступку с пестиком моют водой. Если и после такой обработки ступка не очищается, вместо соли берут чистый кварцевый песок и растирают его в ступке.

При измельчении сильно пылящих и особенно вредных веществ работу следует проводить в вытяжном шкафу.



Рис. 321. Ступки для измельчения пылящих веществ.

В этом случае ступку закрывают специальным чехлом из легкого, но пыленепроницаемого материала. Для измельчения пылящих веществ применяются также специальные ступки (рис. 321).

Нередко случается, что в ступке приходится растворять какое-либо твердое вещество. В этом случае общее количество жидкости и твердого вещества не должно занимать больше $^1/_3$ емкости ступки. Вначале в ступку насыпают твердое вещество, а затем к нему постепенно, небольшими порциями, при постоянном растирании пестиком добавляют жидкость. Всю жидкость, которая нужна для растворения, употреблять не следует; не меньше $^1/_3$ ее должно быть оставлено для того, чтобы после окончания растворения можно было сполоснуть ступку и обмыть пестик, добавив затем эту часть жидкости к полученному раствору.

При работе со ступкой никогда не следует сильно ударять пестиком. Если имеющиеся крупные куски вещества

не размельчаются от нажимания на них пестиком, то разбивать их нужно только осторожными ударами пестика.

В лабораториях иногда применяют стеклянные ступки, которые требуют более осторожного обращения.

Ступки из других материалов. Применяются также ступки из ситала, из которого делают самую ступку; у пестика из ситала выполнена только рабочая часть, ручку же делают из дерева.

Для измельчения очень твердых веществ, для которых непригодны даже агатовые ступки, используют ступки из сверхтвердых материалов, таких, как нитрид бора, карбид вольфрама, окись алюминия. Обычные фарфоровые или другие ступки могут быть футерованы этими сверхтвердыми материалами полностью, а пестик изготовляют так же, как указано выше.

Механическое измельчение

Механическое измельчение твердых веществ проводят при помощи специальных приспособлений. Сравнительно крупное измельчение получается при использовании щековых дробилок, для среднего измельчения пользуются валковыми дробилками, а тонкое измельчение достигается при пользовании шаровыми мельницами, дисковыми истирателями, фрикционными столами и пр. Измельчение до коллоидных размеров производится на коллоидных мельницах.

Щековые дробилки. Лабораторные щековые дробилки работают по принципу раздавливания и состоят из двух дробящих поверхностей: подвижной и неподвижной щек. Подвижная щека совершает поступательно-возвратное движение, причем когда она приближается к неподвижной щеке, происходит раздавливание или дробление материала, а когда она отходит, раздробленный материал высыпается в приемник. Рабочие поверхности подвижной и неподвижной щек обкладывают гладкими или рифлеными плитами. Вся система приводится в движение с помощью электромотора или от трансмиссии.

Щековая дробилка системы Гинцветмета имеет следующую техническую характеристику: производительность — 200 *кг/ч*, длина загрузочной части — 150 *мм*, ширина — 100 *мм*, число оборотов в минуту — 250, установочная мощность — 3 *квт*. Дро-

билку устанавливают на металлическом или деревянном фундаменте. Чтобы избежать потерь в результате образования пыли, приемник для измельченного материала помещают в шкаф, установленный на постаменте.

Щековая дробилка 58^6-ДР (рис. 322) лабораторного типа имеет загрузочное отверстие длиной 60 *мм*, шириной 100 *мм*, наибольшее число оборотов в минуту 500—650, установочная мощность 1,4 *квт*. Производительность дробилки по кварциту при максимальной крупности частиц 60 *мм* и соответствующей ширине разгру-

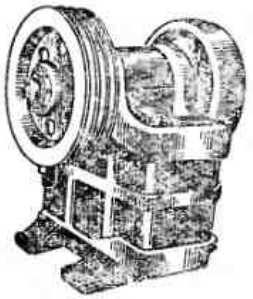


Рис. 322. Щековая дробилка 58^6-ДР.

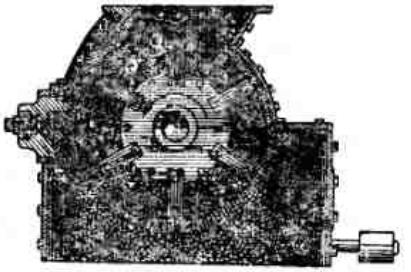


Рис. 323. Молотковая дробилка.

зочной щели в *кг/ч* следующая: 6 *мм* — 260 *кг/ч*, 3 *мм* — 190 *кг/ч* , 1 *мм* — 160 *кг/ч*.

Конструктивно щековые дробилки очень просты, поэтому уход за ними и ремонт их обычно несложны.

Недостатком щековых дробилок является быстрая изнашиваемость щек, неспокойная работа, вызывающая вибрацию и необходимость равномерной загрузки для предупреждения быстрой поломки.

Молотковые дробилки. Для измельчения крупного, но мягкого материала удобнее применять так называемые молотковые дробилки (рис. 323). В них дробление производится ударами молотков, установленных на вращающемся горизонтальном валу. Молотки находятся в цилиндрической камере, на дне которой имеется сито. Отверстия сита круглые диаметром 0,6, 1,3 и 6 *мм* и прямоугольные. Сита обычно изготовляют из нержавеющей стали. Материал подается в дробилку из воронки при помощи шнека, приводимого в движение от руки. Материал,

прошедший через сито, поступает в парусиновую трубку воздушного фильтра, присоединенного к нижней части дробилки.

Валковые дробилки представляют собой два валка, установленных на горизонтальной оси и вращающиеся навстречу друг другу. При вращении валков куски измельченного материала постепенно втягиваются в пространство между валками и раздавливаются. Крупность дробления можно регулировать величиной зазора между валками. При дроблении на лабораторных дробильных

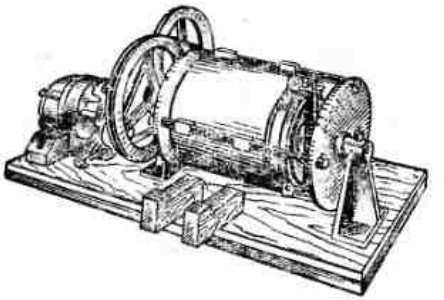


Рис. 324. Шаровая мельница.

валках, например на валковой дробилке 58^6-ДР, материал можно растирать до размера частиц 0,5—1 *мм*.

Производительность валковой дробилки зависит от размеров валков и для материалов умеренной твердости может составить 100 *кг/ч*.

Устройство валковых дробилок простое, поэтому уход за ними также несложен.

Шаровые мельницы (рис. 324) применяют для более тонкого измельчения. Они бывают различной конструкции, в зависимости от формы корпуса шаровой мельницы. Он может иметь цилиндрическую, коническую и трубчатую форму. Шаровая мельница представляет собой фарфоровый или металлический барабан, внутрь которого закладывают фарфоровые или стальные шары различного диаметра. Таким образом, шаровые мельницы работают по принципу удара свободно падающих шаров при вращении барабана. Твердое вещество, загруженное в шаровую мельницу, непрерывно истирается одновременно

между шарами и между шарами и внутренней поверхностью корпуса шаровой мельницы.

Для средней лабораторной шаровой мельницы скорость вращения барабана должна быть не больше 50 — 55 *об/мин*, т. е. такой, при которой центробежная сила не прижимает шары к внутренней стенке шаровой мельницы и они свободно передвигаются.

Наивыгоднейшей длиной мельницы является такая, которая составляет $^2/_3$ ее диаметра.

Общий объем шаров не должен превышать 50% объема шаровой мельницы, а диаметр одного шара должен быть около $^1/_{20}$ ее диаметра и не должен превышать $^1/_{18}$ его.

В шаровую мельницу загружают шары, диаметр которых зависит от размера кусков измельчаемого вещества. Чем крупнее куски измельчаемого вещества, тем более крупными шарами следует загружать шаровую мельницу.

Вместо фарфоровых шаров, истирающихся сравнительно быстро, что зависит и от твердости измельчаемого материала, рекомендуется применять шары из ситала. Они приблизительно в 4 раза прочнее фарфоровых.

В мельницу нельзя загружать слишком много вещества, так как это затруднит движение шаров, но и очень малое количество измельчаемого вещества загружать нецелесообразно. В этом случае в основном будут истираться только шары.

На рис. 325 показано приспособление для вращения барабанов шаровых, а также стержневых мельниц, позволяющее одновременно приводить в движение несколько приборов различного размера. Барабаны приводятся во вращение двумя роликами, вращающимися в противоположные стороны, причем один из роликов — ведущий. Приспособление имеет три отдельных электромотора, которые включаются и останавливаются соответствующими кнопками. Таким образом, каждая секция может работать независимо от других.

Кофейные мельницы (рис. 326) бывают нескольких типов и представляют собой дробилки, состоящие из двух рабочих частей: концентрически вращающегося внутреннего конуса *1* и наружного неподвижного полого цилиндра *2*. Дробление происходит между двумя рабочими рифлеными поверхностями. Производительность кофейных мельниц — от 40 до 90 *кг/ч*, дробление — от 12,5 до 1,65 *мм* при числе 225—250 *об/мин*.

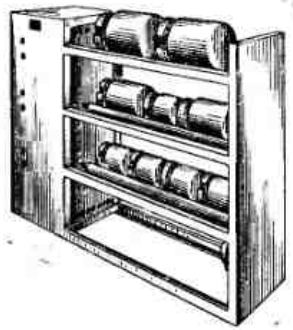


Рис. 325. Приспособление для вращения лабораторных шаровых и стержневых мельниц.

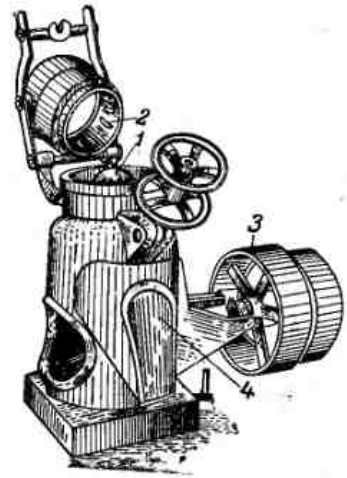


Рис. 326. Кофейная мельница (в открытом виде):
1 — внутренний подвижной конус; *2* — неподвижный полый цилиндр с отверстиями; *3* — шкивы; *4* — лоток.

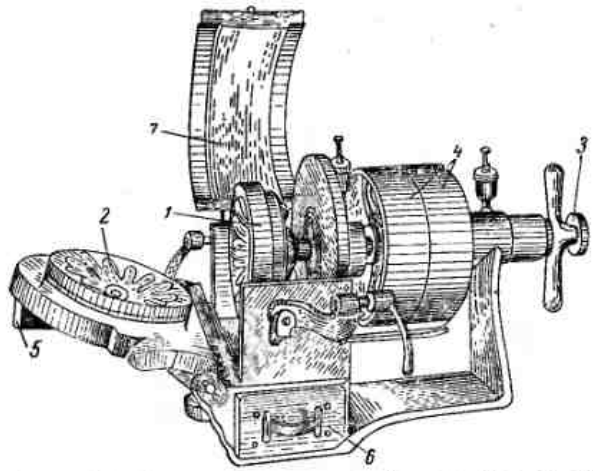


Рис. 327. Дисковый истиратель (в открытом виде):
1 — вращающийся диск; *2* — неподвижный диск; *3* — установочный винт; *4* — шкивы; *5* — воронка; *6* — выдвижная коробка; *7* — съемная крышка.

Дисковые истиратели (рис. 327) применяют для тонкого измельчения твердых материалов, материал измельчается между вращающимися и неподвижными дисками, снабженными радиальными бороздами. Тонину помола регулируют, изменяя величину зазора между дисками с помощью специального винта. На дисковом истирателе можно измельчать материал, предварительно измельченный до крупности частиц 1—3 *мм*. Производительность дискового истирателя 10—20 *кг/ч*, и материал может измельчаться до 0,1—0,05 *мм*.

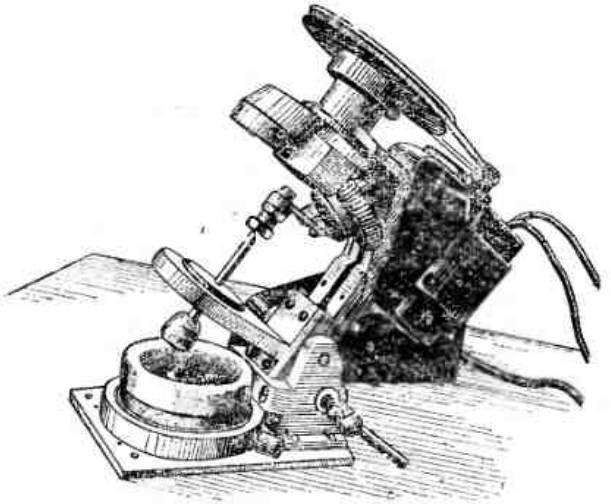


Рис. 328. Механическая агатовая ступка.

Дисковые истиратели просты в обращении. Диски в них можно легко заменять, что очень важно, так как при работе эти диски быстро изнашиваются.

Механические агатовые ступки (рис. 328). Для измельчения руды и минералов применяют агатовые ступки О. А. Щербака. Такие механические ступки (механический истиратель СМБ и СММ) обладают большой производительностью; они очень удобны в работе.

Истиратели СМБ и СММ (большой и малый) можно применять для истирания различных материалов с твердостью до 7,0 по Моосу.

Тонкость измельчения материала до зерен диаметром около 76 *мк*, причем от 56 до 81%, составляет фракция зерен диаметром меньше 10 *мк*.

Стержневые мельницы (рис. 329) отличаются от шаровых тем, что их заполняют не шарами, а металлическими стержнями. Корпус с герметической крышкой обычно представляет собой металлический цилиндр, сделанный из отрезка трубы того или иного диаметра. Эти цилиндры после заполнения стержнями и измельчаемым веществом помещают свободно на систему валков, состоящую из трех параллельно смонтированных пустотелых валков, укрепленных на горизонтальной раме, вращающихся в подшипниках. Средний валик является ведущим. Он соединен с электромотором. Цилиндр с измельчаемым веществом и стержнями помещают свободно между ведущим и холостым валками. Когда ведущий валок приведен в движение, он увлекает за собой цилиндр с измельчаемым материалом и холостой валок, на который опирается цилиндр. Для усиления трения между валками и цилиндром на валки надевают резиновые кольца или обматывают их пеньковой веревкой. При вращении цилиндра происходит измельчение помещенного в нем твердого вещества. Описанную систему валков обычно называют также фрикционным столом.

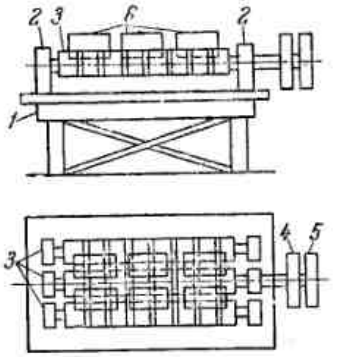


Рис. 329. Схема лабораторной стержневой мельницы:
1 — горизонтальная рама; *2* — упоры для подшипников; *3* — валы; *4* — шкив на ведущем валу; *5* — холостой шкив; *6* — цилиндры с измельчаемым веществом.

Коллоидные мельницы. Для измельчения вещества до частиц коллоидных размеров (диаметр частиц 1—0,1 *мк*) пользуются мельницами, которые называют коллоидными. Для измельчения в коллоидной мельнице можно применять только материал, предварительно раздробленный до зерен диаметром 20 *мк*. Процесс измельчения длится около 20 *мин*. Эти мельницы работают по принципу удара при больших скоростях или по принципу истирания. Коллоидная мельница, работающая по принципу истира-

ния между коническими поверхностями ротора и статора корпуса мельницы, была разработана Л. Л. Хотунцевым и В. А. Гольдштейном.

Измельчение в коллоидной мельнице проводят всегда в жидкой среде. Для гидрофильных материалов в качестве дисперсионной среды применяют воду, а для гидрофобных материалов, например для угля или графита, некоторые органические жидкости, по возможности неполярные. Для предотвращения коагуляции коллоидов и для облегчения дробления в дисперсионную среду (жидкость) обязательно добавляют вещества, действующие как защитные коллоиды. Для этой цели чаще всего применяют поверхностно-активные вещества. Выбор добавок диктуется свойствами измельчаемого материала и дальнейшим назначением его.

При сухом помоле в коллоидных мельницах не удается получить частицы коллоидного размера.

Вибрационные шаровые мельницы (вибромельницы). Для достижения очень тонкого помола применяют так называемые вибрационные мельницы. Мельница имеет корпус цилиндрической или корытообразной формы, внутри которого вращается от электродвигателя горизонтальный неуравновешенный вал (вибратор). Корпус мельницы заполняют измельчающими телами, обычно стальными шарами, и измельчаемым материалом. При вращении неуравновешенного вала корпус мельницы приводится в круговое колебательное движение. Шары получают частые импульсы от стенок корпуса, в результате чего вся загруженная масса совершает сложные движения.

Для лабораторных исследований применяют вибромельницу М10-3 (рис. 330). Ее техническая характеристика следующая: емкость корпуса — 10 *л*; частота колебаний — 3000 колебаний в минуту; масса мелющих тел: стальных шаров — 36 *кг*, фарфоровых шаров — 11 *кг*; мощность электродвигателя — 4,5 *квт*; размеры основания — 50 × 110 × 80 *см*.

Вибрационные мельницы бывают периодического и непрерывного действия, для сухого и мокрого помола. У мельниц периодического действия имеется люк с крышкой для загрузки и выгрузки. У мельниц непрерывного действия корпус имеет в нижней части дополнительный люк.

Неуравновешенный вал с дебалансами укреплен в двух роликовых сферических подшипниках. Дебалансы состоят из съемных секторов. Уменьшая или увеличивая количество этих секторов, можно регулировать величину амплитуды колебания.

Вибромельницы разгружают или опрокидывая корпус, поворачивающийся в хомутах, или через нижний люк, или же пневматически.

Перед пуском вибромельницы обязательно следует включить охлаждение подшипников и корпуса вибромельницы, оборудованные водяной рубашкой.

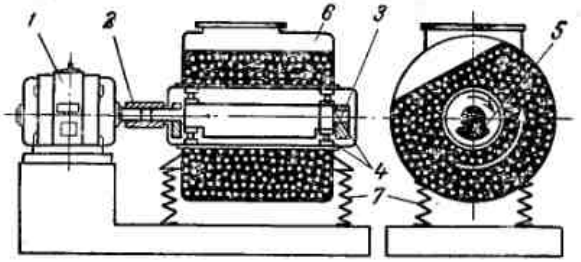


Рис. 330. Схема вибрационной мельницы М 10-3:
1 — электродвигатель; *2* — эластичная муфта; *3* — вал вибратора; *4* — подшипники; *5* — дебаланс; *6* — корпус; *7* — пружина.

При периодической работе корпус мельницы заполняют приблизительно на $^3/_4$ его емкости стальными или фарфоровыми шарами. Объем загружаемого материала не должен превышать объема пустот между шарами. Вначале пускают воду в водяную рубашку, а уже затем включают электромотор. После установленного времени помола вибромельницу загружают, электромотор в это время не выключают.

Вибрационные шаровые мельницы дают возможность при мокром помоле достигать сверхтонкого измельчения. Даже при сухом помоле вибромельницы дают возможность получать тонину помола в 1 *мк*.

Из табл. 13 видно, какого помола можно достичь при использовании различных типов машин для механического измельчения.

Таким образом, вибромельницы с успехом могут заменить коллоидные мельницы, особенно для измельчения хрупких веществ. Обращение с вибромельницами проще, чем с коллоидными. Поэтому

Таблица 13

Размер частиц, получаемых при помоле на мельницах различных типов

Тип машины	Дробление или измельчение	Средний размер частиц измельчаемого материала *см*
Щековые дробилки	Крупное дробление	10—4
Конусные дробилки	До среднего дробления	10—1
Валковые истиратели	До мелкого дробления	$4—10^{-1}$
Стержневые мельницы	До тонкого измельчения	$1—2 \cdot 10^{-2}$
Шаровые мельницы	До сверхтонкого измельчения	$0{,}5 \cdot 10^{-1}—0{,}6 \cdot 10^{-3}$
Коллоидные мельницы	Сверхтонкое измельчение	$10^{-2}—10^{-5}$
Вибрационные мельницы сухого помола	То же	$10^{-2}—10^{-4}$
Вибрационные мельницы мокрого помола	»	$0{,}5 \cdot 10^{-3}—10^{-5}$

в лабораториях, работающих с минеральным и рудным сырьем, все большее применение находят вибрационные мельницы.

Твердые вещества измельчаются сравнительно легко. Измельчение мягких материалов (мел, опока, трепел, каолин, глина и т. п.) затрудняется налипанием на детали приборов частиц измельчаемых веществ.

Для измельчения таких материалов предложена* так называемая вихревая мельница. Принцип действия ее — удар струи жидкости о поверхность измельчаемого мягкого вещества.

Большой интерес представляют появившиеся недавно так называемые струйные мельницы. Принцип действия их заключается в следующем. Частицы измельчаемого материала, попадая в разгонные трубки, подхватываются струями газа (воздуха или инертного газа) и с огромной скоростью движутся навстречу друг другу. При столкновении частиц получается удар большой силы, частицы разрушают одна другую, т. е. происходит процесс самоизмельчения. Когда потоки встретятся, они образуют общую струю, поднимающуюся вверх к сепаратору. В нем происходит разделение частиц: самые мелкие уходят в специальную камеру, а крупные, ударяясь о стенки, оседают в сепараторе и снова попадают в противоток. Измельчение идет непрерывно до тех пор, пока в мельницу поступает материал. Этот способ измельчения во встречной струе обеспечивает максимальную степень измельчения вещества, так как, по сути, является методом измельчения на структурные частицы. Кроме того, измельчаемый материал не засоряется посторонними веществами и материалом аппаратуры.

* Денякин З. А., Журн. ВХО им. Д. И. Менделеева, 7, № 5, 577 (1962).

Смешивание является ответственной операцией, так как от нее часто зависит успех работы. Поэтому всегда стремятся к тому, чтобы эта операция выполнялась особенно тщательно.

Смешивание твердых веществ

Существует много способов смешивания твердых веществ. Естественно, что для получения однородной смеси составные части ее должны быть измельчены приблизительно до одинаковой величины зерен. Чем тоньше было измельчение, тем однороднее может быть полученная смесь. Имеет значение плотность смешивания твердых материалов, так как от выбранного способа смешивания будет зависеть в некоторой степени состав смеси в отдельных слоях по вертикали.

Перекатывание на листе фильтровальной бумаги. Измельченные вещества помещают в центр квадратного куска фильтровальной бумаги такого размера, чтобы смесь можно было вначале распределить слоем и, последовательно поднимая концы листа, перекатывать массу до тех пор, пока не будет достигнута однородность смеси. В этом случае большое значение имеет степень измельчения веществ. Если смешиваемые вещества будут измельчены недостаточно мелко, при перекатывании смеси происходит разделение частиц по крупности. Сверху собираются более крупные частицы, а внизу — наиболее мелкие. Если смешивают большие количества материалов массой в несколько килограммов, вместо бумаги применяют брезент, полотно или клеенку.

Пересыпание. Смешивание твердых тонко измельченных веществ можно проводить путем пересыпания смеси из одной банки в другую. Для получения хороших результатов, т. е. однородности смеси, пересыпать нужно не меньше 10 раз. Так как при пересыпании возможно пыление, операцию следует проводить под тягой.

Нужно быть очень осторожным при смешивании тонко измельченных органических веществ, так как в этом случае *пыль может быть взрывчатой*. Поэтому при смешивании органических веществ пересыпанием *поблизости от места работы не должно быть горящих горелок, включенных электронагревательных приборов* и пр.

Просеивание. Очень хорошие результаты смешивания получаются при просеивании измельченных веществ через сита, имеющие диаметр отверстий, в 2—3 раза превышающий диаметр зерен смешиваемых веществ. Для получения достаточно однородной смеси смешиваемые вещества следует просеять 3—4 раза.

Механическое смешивание. Механическое смешивание ингредиентов смеси можно проводить в ступках или в спе-

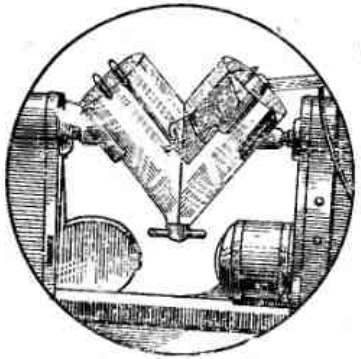


Рис. 331. Схема лабораторного коленчатого смесителя.

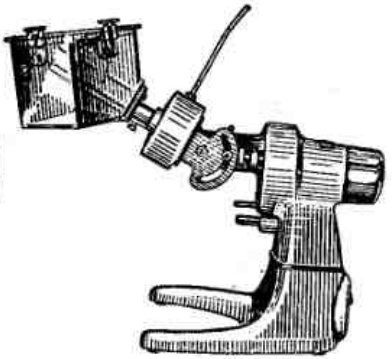


Рис. 332. Смеситель-куб.

циальных смесителях, имеющих различную форму и конструкции.

При смешивании в ступке одновременно проводится и растирание, т. е. измельчение твердых материалов. Время от времени нужно счищать со стенок ступки слой смеси к центру и снова растирать до однородности.

Проводить смешивание можно в шаровых или стержневых мельницах, предварительно удалив из них шары или стержни, на фрикционных столах и т. д.

Для смешивания твердых веществ очень удобно пользоваться лабораторным коленчатым смесителем (рис. 331). Он может быть любой емкости. Смеситель представляет собой металлическое колено. На месте изгиба находится разгрузочный люк, закрываемый пробкой или крышкой. Подлежащие смешиванию вещества вносят через открывающиеся концы трубки. После того как твердые вещества внесены, эти концы закрывают пробками или герметизирующими привинчивающимися крышками.

Лабораторный смеситель укреплен в станине на оси и приводится во вращение от электрического мотора или же вручную.

Описанный смеситель дает возможность очень хорошо перемешивать твердые вещества.

Очень удобен куб-смеситель, действие которого основано на эффекте переворачивания в течение короткого времени вокруг оси, проходящей по диагонали куба. Это приводит к однородному гомогенному смешиванию. Куб-смеситель (рис. 332) укреплен в станине с мотором, причем смеситель можно поворачивать в нескольких направлениях. Лабораторные образцы изготовляют или из плексигласа, или из нержавеющей стали. Емкость лабораторного смесителя — 3,2 *л*; смеситель рассчитан на загрузку от 0,5 до 1 *кг* твердого материала.

Перемешивание жидкостей

Жидкости можно перемешивать как вручную, так и механическим путем. Перемешивание бывает необходимо при растворении твердых веществ в жидкости, при растворении жидкости в жидкости, при проведении многих работ.

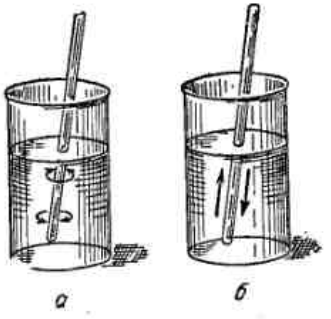
Перемешивание вручную. При смешивании небольших объемов жидкостей перемешивание можно проводить при помощи стеклянной палочки, например в стакане. На рис. 333 показано, как нужно проводить эту операцию.

При перемешивании в колбе ее вращают, придерживая за горло. В закрытом сосуде перемешивают путем встряхивания или многократного перевертывания его. Перемешивать вручную легко только не вязкие жидкости. Чем выше вязкость жидкости, тем труднее ее перемешивать, и обычно в подобных случаях прибегают к механическим способам перемешивания. Однако вязкость жидкости можно уменьшить нагреванием. Горячую жидкость перемешивают, обернув сосуд полотенцем, чтобы не обжечься.

Если приходится перемешивать вручную в закрытом сосуде жидкости с низкой температурой кипения, обязательно нужно придерживать пробку, так как в сосуде развивается повышенное давление вследствие испарения растворителя и пробка может выскочить.

Для перемешивания жидкостей, а иногда и для растворения твердых веществ применяют также цилиндр для

смешивания, снабженный притертой пробкой (рис. 334). Он напоминает мерный цилиндр, но не имеет делений. Жидкости, подлежащие смешиванию, наливают в цилиндр так, чтобы суммарный объем их составлял не более $^3/_4$—



а *б*

Рис. 333. Перемешивание стеклянной палочкой в стакане:
а — правильно; *б* — неправильно.

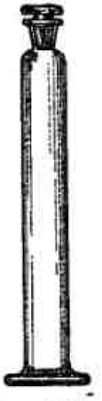


Рис. 334. Цилиндр для смешивания жидкостей.

$^4/_5$ емкости цилиндра. Взбалтывание проводят, придерживая одной рукой пробку, а другой — основание ци-

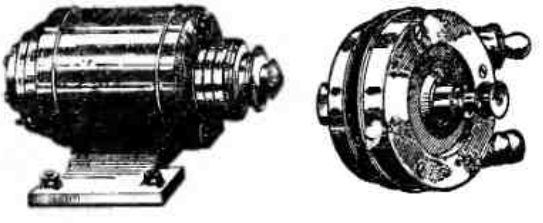


Рис. 335. Лабораторный электромотор и водяная турбина.

линдра. Если смешивают органические растворители со сравнительно низкой температурой кипения, рекомендуется время от времени спускать давление, развивающееся внутри цилиндра в результате испарения жидкостей. Для этого нужно слегка освободить стеклянную пробку, не вынимая ее совсем, а затем снова притереть ее.

Механическое перемешивание. Механическое перемешивание предпочтительнее ручного.

Для вращения мешалок применяют электрические моторы, водяные турбины (рис. 335) и воздушные моторы, приводимые в движение нагретым воздухом (рис. 336).

На рис. 337 показано, как монтируют мешалку с водяной турбиной. Чтобы пустить в работу водяную турбину, ее прочно укрепляют в штативе. Затем один из отростков ее при помощи шланга соединяют с



Рис. 336. Мотор, приводимый в движение нагретым воздухом.

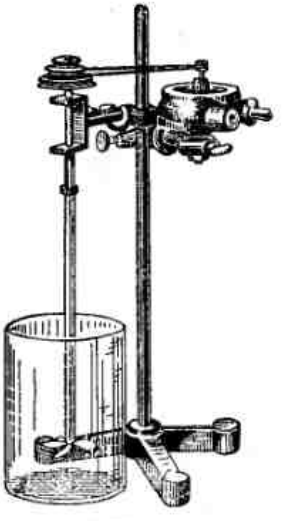


Рис. 337. Установка для растворения с водяной турбиной.

водопроводным краном, а на другой надевают водоотводную трубку, которую опускают в раковину или в водосток. Открывая водопроводный кран, приводят в движение турбинку. Чем сильнее струя воды, тем быстрее вращается ротор турбинки, поэтому число оборотов ее можно регулировать.

Применяются также водяные турбины из стекла (рис. 338).

Воздушный мотор работает под действием нагретого на горелке воздуха. Через несколько секунд после того, как горелка зажжена, следует рукой повернуть один из маховиков.

На рис. 339 показана лабораторная мешалка с приводом от электромотора, укрепленного на штативе. При необходимости ось мотора может быть расположена не только по вертикали, но и наклонно. Мотор можно передвигать по штативу вверх и вниз. В ось мотора вставляют и закрепляют стеклянные мешалки (лопасти), имеющие самую разнообразную форму.

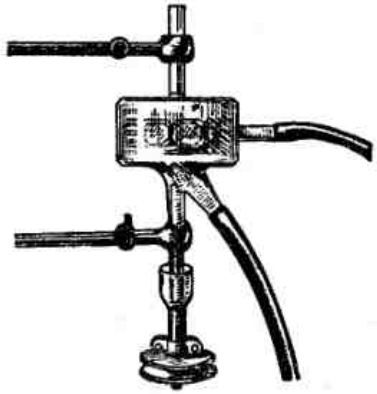


Рис. 338. Стеклянная водяная турбина.

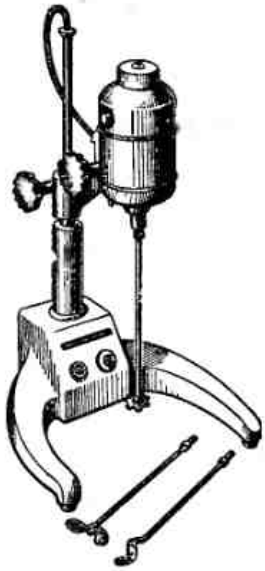


Рис. 339. Лабораторная мешалка с электрическим мотором.

Удобную мешалку можно сделать из куска резиновой трубки, надетой на стеклянную палочку, служащую осью мешалки (рис. 340). На резиновой трубке, предварительно надетой на стеклянную палочку, делают четыре надреза по образующей, а затем сближают верхний и нижний концы трубки.

Форму стеклянной мешалки выбирают в зависимости от вязкости жидкости, которую применяют, например, при растворении, и от вязкости полученного раствора.

Надо учитывать, что вязкие жидкости нельзя перемешивать с большой скоростью, и приходится ограничиваться малым числом оборотов мешалки, иначе стеклянные мешалки ломаются.

На рис. 341 показана механическая мешалка, у которой электромотор вынесен, и мешалка вращается от гибкого вала, как у бормашины. Такую мешалку очень легко приспособить для перемешивания любых жидкостей.



Рис. 340. Мешалка из куска резиновой трубки.

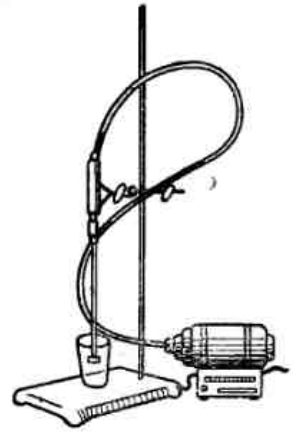


Рис. 341. Лабораторная механическая мешалка.

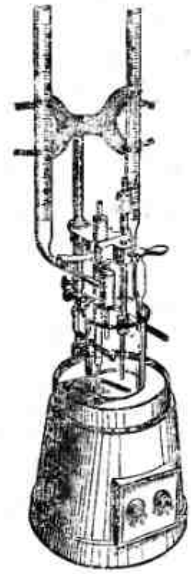


Рис. 342. Электромагнитная мешалка.

Электромотор применяют также в групповых мешалках, например при перемешивании в 3—4 стаканах. В этом случае каждая мешалка имеет свой привод от шкива, связанного с электромотором.

В настоящее время большое применение находят электромагнитные мешалки (рис. 342). Принцип их действия основан на том, что электромагнит, укрепленный на оси вертикально расположенного мотора, при вращении приводит в движение якорь из мягкого железа. Якорь помещают в стеклянную или кварцевую ампулу, которую запаивают. Ампулу кладут на дно сосуда, в котором проводят перемешивание. Электромагнитные мешалки можно применять во всех случаях, когда требуется переме-

шивать маловязкие жидкости (при электролизе, титровании и пр.). Прибор работает без шума, спокойно. Имеются модели электромагнитных мешалок, снабженных штативами, что позволяет укреплять на них бюретки и другие приборы или приспособления, необходимые при проведении какой-либо работы. Площадку, на которую ставят сосуд с перемешиваемой жидкостью, можно нагревать до 50 °С и выше при помощи нагревательного устройства, которое можно устанавливать по желанию или снимать, если нагрев не требуется.

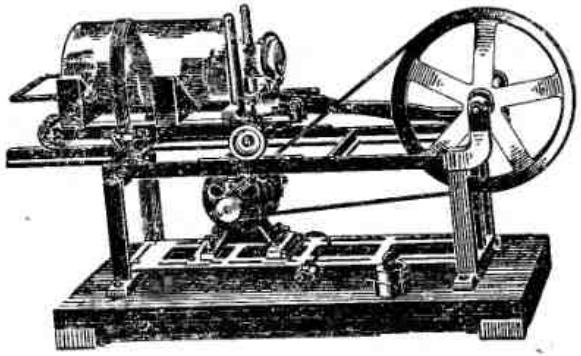


Рис. 343. Встряхиватель Сокслета.

Для того чтобы якорь не терялся, рекомендуется после окончания перемешивания и перед тем, как вылить жидкость из стакана, ко дну его снаружи приложить постоянный магнит или электромагнит, который будет держать якорь. Только после этого можно выливать жидкости из посуды. Если применить этот способ нельзя, то сливать жидкости непосредственно в раковину не рекомендуется.

С якорем нужно обращаться осторожно и стараться не разбить стеклянную трубочку, в которой он запаян. Если же трубочка разобьется, якорь нужно сначала вытереть насухо и снова запаять в новую стеклянную или кварцевую трубочку подходящего диаметра.

Перемешивание, например при растворении, можно проводить, пользуясь так называемыми встряхивателями. Встряхиватель Сокслета (рис. 343) приводится в движение мотором. Так как пробка, которой закрыта бутыль с перемешиваемой жидкостью, может быть хорошо замазана

и прикреплена к горлу бутыли, то при таком способе перемешивания растворитель не испаряется и в него не попадает влага.

Большим распространением в лабораториях пользуется встряхиватель Вагнера (рис. 344). Он служит для перемешивания содержимого бутылей, колб и других аналогичных сосудов. При работе с ним очень важно надежно прижать выдвижной колпачок к пробке или к горлу сосуда и неподвижно закрепить последний. Если сосуд

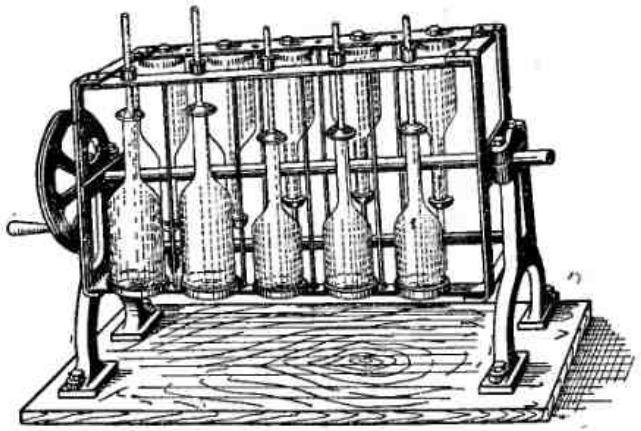


Рис. 344. Встряхиватель Вагнера.

плохо закреплен, то при вращении встряхивателя он может выпасть. Прибор приводится в движение как вручную, так и от мотора. Если нужно медленное перемешивание или взбалтывание, между мотором и приводным колесом встряхивателя устанавливают передаточные шкивы.

Кроме горизонтальных встряхивателей, очень удобны, особенно для встряхивания делительных воронок, вертикальные встряхиватели (рис. 345). В этом встряхивателе можно закреплять бутыли и делительные воронки различной высоты, так как он имеет две подвижные планки с отверстиями для горлышек. Эти планки могут быть закреплены на желаемой высоте.

Современный универсальный электронный вибратор (рис. 346) имеет приставные детали, например для кре-

пления одной бутыли или для крепления пробирок, делительных воронок разной емкости, пипеток для смешивания крови и др. Прибор снабжен регулятором частоты колебаний и контрольной лампой.

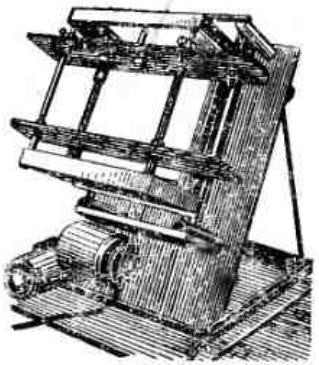


Рис. 345. Вертикальный встряхиватель.

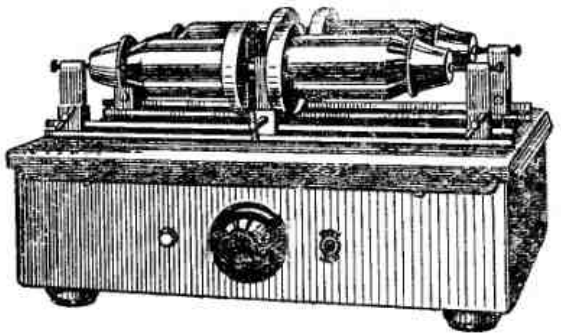


Рис. 346. Универсальный электронный вибратор.

Перемешивание воздухом или газом. Удобным приемом механического перемешивания жидкостей является пропускание через них воздуха или какого-нибудь инертного газа под небольшим давлением. Этот процесс называют барботированием, и его можно проводить, используя любой газопромыватель или любую предохранительную склянку, или даже промывалку, присоединив их к вакуум-насосу, к нагнетательному насосу или используя сжатый газ. Естественно, что барботирование воздухом можно проводить, только когда он не будет оказывать какого-либо химического воздействия на жидкость или растворенные в ней вещества.

При барботировании не нужно пускать очень сильную струю воздуха или инертного газа, так как это всегда вызывает разбрызгивание перемешиваемой жидкости. Кроме того, очень важно, чтобы отверстия, через которые поступает воздух или инертный газ, были бы мелкими и их было бы много. При выполнении этих условий создается более равномерное и спокойное перемешивание.

Для барботирования очень удобны трубки, снабженные пластинкой различной формы, из пористого прессованного стекла (см. гл. 11 «Фильтрование»). Удобны также пальцевидные насадки (бужи) длиной от 80 до 250 *мм* и диаметром от 30 до 85 *мм*. Они обычно сплавлены со стеклянной трубкой, через которую пропускают газ. Пористость пластинок может быть разной, от № 1 до № 4.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О лабораторном измельчителе проб см. Локунцов А. В., Зав. лаб., **26**, № 10, 175 (1960).

Описание лабораторной эксцентриковой вибромельницы см. Александров Б. С., Зав. лаб., **24**, № 7, 902 (1958); Аронов М. И., Приборы и техн. эксперим., № 1, 153 (1959); РЖХим, **1960**, № 12 (II), 507, реф. 48556.

О новом лабораторном оборудовании для тонкого измельчения материалов см. Хейфец С. П., Зав. лаб., **27**, № 5, 610 (1961).

О лабораторной цилиндрической мельнице для малых проб см. Schlesinger M. D., Nazaruk S., Reggel L., J. Chem. Educ., **40**, 546 (1963); РЖХим, **1964**, 23А44.

Прибор для измельчения системы Геохима описали Кузнецов Ю. Н., Стахеев Ю. И., в журн. Цвет. мет., № 5, 38 (1962).

О теории и практике процессов перемешивания в лаборатории см. H. P. Helmrich, Riechstoffe u. Aromen, **9**, № 1, 21 (1959); РЖХим, **1959**, № 13, 147, реф. 45695; Helmrich H. P., Там же, № 4, 114; № 5, 144 (1959); РЖХим, **1960**, № 5, 199, реф. 17694; Helmrich H. P., Там же, № 6, 190 (1959); РЖХим, **1960**, № 10, 153, реф. 38560.

О простой многошпиндельной магнитной мешалке см. Wollerman L. A., Tuscher R. C., Anal. Chem., **25**, № 12, 1942 (1953); РЖХим, **1955**, № 8, 271, реф. 14329.

О приборах для перемешивания см. Schmitz H., Lab. Prax., **13**, № 3, 37 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 5Е11.

О ручной мешалке для жидкостей и порошков см. Mapstone G., S. Afric. Ind. Chem., **15**, № 9, 171 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 11Е42.

О перемешивании с помощью электростатического поля см. Cropper W. P., Seelig H. S., Ind. Eng. Chem. Fundament, 1, 48 (1962); РЖХим, 1962, реф. 14И38.

Об электромагнитной мешалке для работы в «перчаточном» боксе см. Bagnal K. W., Robinson P. S., Res. Group. H. K. Atomik Energy Author., 1961, NAERE — M941, 4; РЖХим, 1962, реф. 15E20.

О новых лабораторных микросмесителях см. Fuhrmann H., Glas- und Instr. Techn., 6, № 3, 79 (1962); РЖХим, 1962, реф. 22E56.

Об эффективности смесителей, применяемых в фармации, см. Speiser P., Tawashi R., Pharmac. acta helv., 37, № 5—8, 529 (1962); РЖХим, 1962, реф. 24Л274.

О конструкции мешалки см. Seibel C. A., Chemist Analyst, 55, № 1, 22 (1966); РЖХим, 1966, 14Д88.

О самодельной магнитной мешалке см. Winkler H. G., Prax. Naturwiss., 15, № 4, Chemi, 29 (1966); РЖХим, 1966, 17A63.

Противоточный быстродействующий смеситель для двух и более растворов описал Ефремов Ю. В., ЖФХ, 40, 1413 (1966); РЖХим, 1966, 24Д33.

О приборе для встряхивания большого количества колб см. Ballance P. E., Chem. a. Ind., № 16, 503 (1961); РЖХим, 1962, реф. 2E85.

Глава 10

РАСТВОРЕНИЕ

ОСНОВНЫЕ ПОНЯТИЯ О РАСТВОРАХ

В лаборатории чаще всего приходится готовить растворы твердых веществ, поэтому остановимся более подробно именно на них.

Если взять одинаковые объемы воды и попробовать растворять в них разные соли, например сернокислый барий, квасцы и хлористый кальций, то сразу бросится в глаза, что сернокислый барий совсем не переходит в раствор*, квасцы растворяются лучше, а хлористый кальций — очень хорошо. Кроме того, можно заметить, что после прибавления к воде некоторого определенного количества соли она уже больше не растворяется, сколько бы ее ни перемешивали.

Таким образом, количество твердого вещества, которое можно растворить в данном количестве воды, имеет предел, зависящий от свойств взятых веществ и от тех условий, в которых происходит растворение. Когда этот предел достигнут, получается насыщенный раствор. Концентрация насыщенного раствора называется растворимостью.

Следовательно, насыщение раствора каким-либо веществом зависит от его растворимости в данном растворителе при данных условиях. Таким образом, совершенно не обязательно, чтобы концентрация насыщенного раствора была бы высокой. Например, растворимость сернокислого кальция ($CaSO_4$) составляет при комнатной температуре 0,77 *г/л*. При таком содержании соли раствор будет уже насыщенным.

* Точное исследование показывает, что сернокислый барий растворяется в воде, но в малой степени.

Во многих случаях растворимость твердого вещества можно повысить, если раствор нагревать. Однако некоторые соли не подчиняются этому правилу. Растворимость их или понижается с повышением температуры или повышается только до определенной температуры, выше которой растворимость уменьшается. Если растворять углекислый натрий, то количество его (пересчитанное на безводную соль, т. е. на Na_2CO_3), приходящееся на 100 *г* воды в насыщенных растворах при разных температурах, будет следующее:

Температура, °С	10	20	30	31,9	35,2	40	50	60
Углекислый натрий, *г* . .	12,6	21,4	40,8	46,0	51,0	49,7	47,5	46,5

Следовательно, самое большое количество безводного углекислого натрия можно растворить только при 35,2 °С.

Если же взять углекислый литий, то у него растворимость с повышением температуры понижается. Например, при 100 °С он почти в два раза меньше растворим, нежели при 20 °С. Зависимость растворимости от температуры следует принципу Ле-Шателье. Если растворимое вещество при растворении поглощает тепло, что бывает в большинстве случаев, то растворимость увеличивается с повышением температуры. Если же растворение сопровождается выделением тепла, то растворимость при подведении тепла уменьшается.

Каждой температуре соответствует определенная растворимость данного вещества. Если охладить насыщенный раствор вещества, растворимость которого с температурой повышается, то растворенное вещество выпадает в осадок в таком количестве, что раствор остается насыщенным при той температуре, до которой он охлажден. Однако в некоторых случаях при медленном охлаждении растворенное вещество не выделяется. Тогда говорят, что раствор пересыщен. Но это очень неустойчивое состояние раствора; достаточно какому-нибудь кристаллику или пылинке попасть в раствор, чтобы избыток соли выпал в осадок.

Плотность раствора отличается от плотности растворителя.

Раствор кипит при более высокой температуре*, чем растворитель. Последним свойством пользуются, применяя солевые бани. Температура замерзания раствора, наоборот, ниже, чем у растворителя.

* Если насыщенный пар над раствором не содержит другого вещества, кроме растворителя.

Скорость растворения твердого вещества зависит от размера его частиц. Чем крупнее куски, тем медленнее идет растворение; наоборот, чем мельче отдельные частицы твердого вещества, тем скорее переходит оно в раствор. Поэтому перед растворением твердого вещества его всегда следует измельчить в ступке и отвешивать для растворения только измельченное вещество. Сказанное не относится к гигроскопичным веществам, так как последние в измельченном виде очень легко поглощают влагу из воздуха вследствие большого увеличения поверхности. Поэтому гигроскопичные вещества растворяют, не измельчая, разве только быстро разбив большие куски.

Растворение тонко измельченного вещества значительно легче, но при этом возникают свои трудности. Дело в том, что некоторые порошки при высыпании их в воду или при приливании к ним воды вначале не смачиваются и плавают на поверхности воды, образуя тонкую пленку. В подобных случаях порошок вначале обливают небольшим количеством чистого спирта (метилового или этилового), а уже затем приливают воду или высыпают в нее порошок. Явление всплывания порошка при этом не наблюдается. Само собой разумеется, что применять спирт можно лишь в том случае, если он не оказывает химического действия на вещество или на его раствор. Спирта следует брать очень немного, лишь бы он только смочил порошок.

Иногда при растворении твердых веществ, например кристаллических, их помещают в колбу. При неправильном введении таких веществ (особенно крупных кусков или кристаллов) случается, что колба разбивается. Чтобы не разбить колбу, поступают так, наклоняют ее под углом не больше 45°: лучше же меньше, и опускают твердое вещество так, чтобы оно скатывалось по горлу и стенке шара колбы. Удобнее сначала налить в колбу часть рассчитанного количества растворителя, например воды, а затем вводить твердое вещество, как описано выше, иногда встряхивая колбу. Оставшуюся часть растворителя вводят после того, как будет пересыпано все количество твердого вещества, предназначенного для растворения.

Большие трудности встречаются при растворении смолистых веществ, так как их размельчить в порошок нельзя. Такие вещества полезно разрезать (если это возможно) на небольшие куски и постепенно вводить в растворитель.

Следует остановиться на растворимости газов. Почти все газообразные вещества способны в той или иной мере растворяться в воде или органических растворителях. Некоторые из них, например NH_3, HCl, жадно поглощаются водой. Другие же газы (кислород, водород и др.) обладают меньшей или незначительной растворимостью в воде, причем она зависит от температуры воды и внешнего давления. Чем выше парциальное давление газа, тем больше он растворяется в воде, и чем выше температура воды, тем меньше растворимость газов. Поэтому воду для удаления растворенных в ней газов кипятят.

Рассмотрим теперь кратко вопрос о взаимном растворении жидкостей. При этом различаются три случая:

1. Жидкости практически не растворяются одна в другой, например вода и масло; при смешивании их они всегда отделяются друг от друга.

2. Жидкости растворяются одна в другой только в определенных количествах. Например, если смешать воду и эфир, то после взбалтывания и отстаивания раствор разделится на два слоя. Верхний слой представляет раствор воды в эфире, нижний — раствор эфира в воде, причем при определенной температуре концентрации обоих насыщенных растворов всегда имеют определенные значения. Так, при 20 °С в 100 объемах воды растворяется 8,11 объема эфира, а в 100 объемах эфира растворяется 2,93 объема воды.

3. Жидкости растворяются одна в другой в неограниченном количестве. Например, вода и спирт растворяются друг в друге в любом количестве. Так же ведут себя многие кислоты и вода.

При растворении жидкостей, как и при растворении твердых тел, наблюдается или выделение тепла, или его поглощение. Это явление используют при изготовлении охлаждающих смесей или для химического нагревания.

Нужно также отметить, что иногда при смешении жидкостей происходит уменьшение объема; если, например, взять 50 объемов воды и 50 объемов спирта, то получится не 100 объемов смеси, а только 96,3 (так называемое явление *контракции*).

По свойствам вещества можно разделить на два класса: не набухающие при растворении и набухающие. К первому классу относятся преимущественно вещества, имеющие кристаллическое строение, а ко второму — высокомолекулярные вещества, главным образом органические. При растворении последних в органических растворителях первой стадией процесса всегда будет набухание.

КЛАССИФИКАЦИЯ РАСТВОРОВ

По характеру взятого растворителя различают растворы водные и неводные. К последним принадлежат растворы в органических растворителях. Растворы большинства солей, щелочей и кислот готовятся главным образом водные.

По точности выражения концентрации растворы делят на приблизительные, точные и эмпирические.

Следует также различать растворение твердых веществ, растворение жидкостей и растворение газов.

КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРОВ

Концентрации растворов обычно выражают в массовых (весовых) и объемных (для жидкостей) процентах, в молях или грамм-эквивалентах, содержащихся в единице объема раствора, а также титром и моляльностью*.

Концентрации приблизительных растворов большей частью выражают в массовых процентах; точных — в молях, в грамм-эквивалентах, содержащихся в 1 *л* раствора, или титром.

При выражении концентрации в массовых процентах указывают содержание растворенного вещества (в граммах) в 100 *г* раствора (но не в 100 *мл* раствора!).

Так, если говорят, например, что взят 10%-ный раствор поваренной соли NaCl, это значит, что в 100 *г раствора* (а не в 100 *мл* его) содержится 10 *г* поваренной соли и 90 *г* воды.

Когда дана концентрация раствора, выраженная в массовых процентах (например, 25%-ный раствор NaCl),

* Существует единица концентрации — м о л о н. Под этой концентрацией понимается число молей растворенного вещества в 1 *кг* раствора (*моль/кг*), условное обозначение — *W*. Об этом см. G i l l e s p i e R. J., S o l o m o n s C., J. Chem. Educ., 37, № 4, 202 (1960).

и хотят взять столько раствора, чтобы в нем содержалось определенное количество растворенного вещества (например, 5 *г* NaCl), то нужно брать раствор по массе (т. е. 20 *г*).

Покажем, что будет, если взять не 20 *г* раствора, а 20 *мл*. Плотность 25%-ного раствора NaCl равна 1,203 *г/мл*. Поэтому взяв 20 *мл* такого раствора, мы возьмем $20 \cdot 1{,}203 = 24{,}06$ *г* его. В этом количестве раствора будет содержаться уже не 5 *г* NaCl, а

$$\frac{25 \cdot 24{,}06}{100} = 6{,}01 \text{ г}$$

Если известна плотность раствора, то, как указывалось выше, удобнее брать его по объему, а не по массе, причем для вычисления нужного объема можно пользоваться формулой, приведенной на стр. 233. Для нашего случая получаем объем, равный:

$$V = \frac{20}{1{,}203} = 16{,}6 \text{ мл}$$

Сказанное относится преимущественно к концентрированным растворам; в случае же разбавленных (меньше 1%) получающаяся ошибка незначительна и ею можно пренебречь.

Концентрация раствора, выраженная в молях, содержащихся в 1 *л* раствора (но не в 1 *л* растворителя!) называется молярностью. Раствор, содержащий в 1 *л* 1 *моль* растворенного вещества, называется одномолярным или просто молярным. Молем (грамм-молекулой) какого-либо вещества называют молекулярную массу (молекулярный вес) его, выраженную в граммах; 0,001 *моль* называют миллимолем, этой величиной пользуются для выражения концентрации при некоторых исследованиях.

Пример. Моль серной кислоты равен 98,08 *г*, поэтому молярный раствор ее должен содержать это количество в 1 *л* раствора (но не в 1 *л* воды).

Если концентрация выражена числом грамм-эквивалентов, содержащихся в 1 *л* раствора, то такое выражение концентрации называется нормальностью. Раствор, содержащий в 1 *л* один грамм-эквивалент вещества, называется однонормальным или часто просто нормальным.

Грамм-эквивалентом вещества является такое количество его, выраженное в граммах, которое в данной реакции соединяется, вытесняет или эквивалентно 1,008 *г* водорода (т. е. 1 *г-атом*). Грамм-эквивалент одного и того же вещества может иметь различную величину в зависимости от той химической реакции, в которой это вещество участвует.

Грамм-эквивалент E в реакциях замещения вычисляют путем деления молекулярной массы на основность кислоты или полученной из нее соли, кислотность основания или при окислительно-восстановительных реакциях — на число переходящих электронов n:

$$E = \frac{M}{H} \text{ для реакции замещения и}$$

$$E = \frac{M}{n} \text{ для окислительно-восстановительных реакций}$$

где M — молекулярная масса;
H — основность кислоты или кислотность основания.

Ввиду того что нормальные растворы для большинства аналитических целей и работ слишком концентрированы, обычно готовят более разбавленные растворы (полунормальные, децинормальные и т. д.). При записях нормальность обозначают русской буквой н. или латинской буквой N; перед буквенным обозначением ставят число, указывающее, какая часть грамм-эквивалента (или сколько грамм-эквивалентов) взята для приготовления 1 *л* раствора. Так, полунормальный раствор обозначается 0,5 н., децинормальный 0,1 н. и т. д.

Титром называют содержание вещества в граммах в 1 *мл* раствора.

Выражая концентрацию раствора при помощи титра, указывают число граммов вещества, содержащихся в 1 *мл* раствора. Пусть, например, в 1 *л* раствора содержится 5,843 *г* серной кислоты; тогда титр раствора будет равен:

$$T = \frac{5{,}843}{1000} = 0{,}005843 \text{ г/мл}$$

Моляльными называют растворы, приготовляемые растворением одного (или части) моля вещества в 1 *кг* растворителя. Например, для приготовления одномоляльного раствора NaCl растворяют 58,457 *г* этой соли в 1 *кг*

воды, приведя массу воды в данных условиях к объему. Следует помнить, что при приготовлении моляльных растворов расчет ведут именно на 1 *кг* растворителя, а не раствора, как в случае молярных или нормальных растворов.

Объемные проценты для выражения концентрации применяют только при смешивании взаимно растворяющихся жидкостей.

Здесь указаны только основные, важнейшие приемы выражения концентраций. При специальных исследованиях могут применяться и другие единицы для выражения содержания вещества.

ТЕХНИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ

Независимо от того, какие (по точности) приготовляют растворы, применять следует только чистые растворители. Если растворителем служит вода, то можно применять только дистиллированную или деминерализованную воду, а в отдельных случаях даже бидистиллят или специально очищенную дистиллированную воду.

Предварительно подготавливают соответствующей емкости посуду (см. ниже), в которой будут готовить и хранить получаемый раствор. Посуда должна быть чистой. Если есть опасение, что водный раствор может взаимодействовать с материалом посуды, то посуду внутри следует покрыть церезином, парафином или другими химически стойкими веществами.

Пример. Если нужно приготовить 1 *л* какого-то раствора, то для растворения следует взять посуду емкостью не больше 1,5 *л*. Если готовят 10 *л* раствора, то бутыль должна быть емкостью не больше 12—13 *л*.

Перед приготовлением растворов нужно подготовить по возможности два одинаковых сосуда: один — для растворения, а другой — для хранения раствора. Может случиться, что раствор нужно будет отфильтровывать от какого-либо осадка или примеси, не растворившейся в данных условиях.

Вымытый сосуд полезно предварительно проградуировать (рис. 347). Это особенно касается бутылей большой емкости. Градуирование проводят следующим образом: мерным цилиндром отмеривают 1 *л* воды и переливают ее в бутыль. На стенке бутыли восковым карандашом про-

водят черту, совпадающую с уровнем воды в бутыли, и ставят цифру 1. Затем наливают второй литр воды и уровень отмечают цифрой 2. Так проделывают до тех пор, пока бутыль не будет заполнена до плеча. Расстояние между цифрами, обозначающими целые литры, можно разделить пополам более короткой чертой. Каждая такая черта будет соответствовать 0,5 *л*.

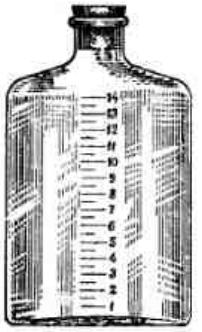


Рис. 347. Градуированная бутыль.

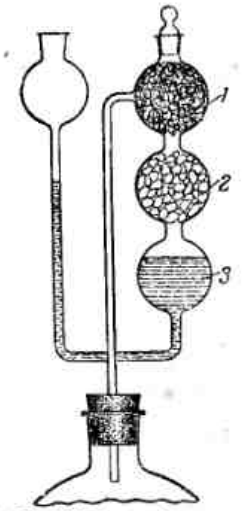


Рис. 348. Приспособление для хранения растворов в атмосфере двуокиси углерода:
1 — стеклянное волокно; *2* — мрамор; *3* — раствор соляной кислоты.

Для растворения следует применять по возможности чистые вещества. Готовые растворы обязательно проверяют на содержание нужного вещества и, если это будет необходимо, *поправляют* растворы, т. е. добавляют в них недостающее количество вещества или воды.

Нужно принимать меры для защиты приготовленных растворов от попадания в них пыли или газов, с которыми могут реагировать некоторые растворы. Так, щелочи следует защищать от двуокиси углерода, для этого бутыль с щелочью снабжают хлоркальциевой трубкой, заполненной натронной щелочью или аскаритом.

Как во время приготовления растворов, так и при их хранении бутыли или другая посуда обязательно должны быть закрыты предварительно подобранными пробками.

При особо точных и ответственных анализах следует обязательно принимать во внимание возможность выщелачивания стекла и применять, если это допустимо, кварцевую посуду или такую, стекло которой не содержало бы искомый элемент. Так, неизбежна ошибка при определении бора, цинка, алюминия, свинца и некоторых других элементов в посуде из стекла, содержащего эти элементы.

В некоторых случаях растворы следует хранить в атмосфере инертного газа, как азот, или в атмосфере двуокиси углерода. Для этого существуют специальные устройства или особые бюретки, приспособленные для каждого случая титрования.

Для хранения растворов в атмосфере двуокиси углерода в бутыль с раствором вставляют на пробке прибор, изображенный на рис. 348. В среднюю, расширенную, часть его насыпают куски мрамора среднего размера (как для аппарата Киппа), верхний шар заполняют стеклянным волокном. Через боковую воронку в прибор наливают раствор соляной кислоты, разбавленной 1 : 2. Если из бутыли через тубус выливать жидкость, то над уровнем жидкости создается вакуум, и раствор соляной кислоты перемещается в средний шар. В результате начинается реакция с мрамором и образовавшаяся двуокись углерода поступает в бутыль. Когда в бутыли создается небольшое давление, соляная кислота переместится в нижний шар и выделение газа прекратится.

Щелочные растворы нельзя оставлять надолго в фарфоровой и особенно — в стеклянной посуде. Если приходится их оставлять, то необходимо вначале нейтрализовать растворы, потом немного подкислить и хранить только подкисленные растворы. При этом растворы лучше оставлять в фарфоровой посуде, а не в стеклянной.

Расчеты при приготовлении водных растворов

Приблизительные растворы. При приготовлении приблизительных растворов количества веществ, которые должны быть взяты для этого, вычисляют с небольшой точностью. Атомные массы элементов для упрощения расчетов допускается брать округленными иногда до целых единиц. Так, для грубого подсчета атомную массу железа можно принять равной 56 вместо точной — 55,847; для серы — 32 вместо точной 32,064 и т. д.

Вещества для приготовления приблизительных растворов взвешивают на технохимических или технических весах.

Принципиально расчеты при приготовлении растворов совершенно одинаковы для всех веществ.

Количество приготовляемого раствора выражают или в единицах массы (*г*, *кг*), или в единицах объема (*мл*, *л*), причем для каждого из этих случаев вычисление количества растворяемого вещества проводят по-разному.

Пример. Пусть требуется приготовить 1,5 *кг* 15%-ного раствора хлористого натрия; предварительно вычисляем требуемое количество соли. Расчет проводится согласно пропорции:

$$\begin{matrix} 100 - 15 \\ 1500 - x \end{matrix} \qquad x = \frac{15 \cdot 1500}{100} = 225 \ г$$

т. е. если в 100 *г* раствора содержится 15 *г* соли (15%), то сколько ее потребуется для приготовления 1500 *г* раствора?

Расчет показывает, что нужно отвесить 225 *г* соли, тогда воды нужно взять 1500 — 225 = 1275 *г*.

Если же задано получить 1,5 *л* того же раствора, то в этом случае по справочнику узнают его плотность, умножают последнюю на заданный объем и таким образом находят массу требуемого количества раствора. Так, плотность 15%-ного раствора хлористого натрия при 15 °С равна 1,184 *г/см*³. Следовательно, 1500 *мл* составляет:

$$1500 \cdot 1{,}184 = 1776 \ г$$

т. е.

$$\begin{matrix} 100 - 15 \\ 1776 - x \end{matrix} \qquad x = \frac{15 \cdot 1776}{100} = 266{,}4 \ г$$

Следовательно, количество вещества для приготовления 1,5 *кг* и 1,5 *л* раствора различно.

Расчет, приведенный выше, применим только для приготовления растворов безводных веществ. Если взята водная соль, например $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$, то расчет несколько видоизменяется, так как нужно принимать во внимание и кристаллизационную воду.

Пример. Пусть нужно приготовить 2 *кг* 10%-ного раствора Na_2SO_4, исходя из $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$.

Молекулярная масса Na_2SO_4 равна 142,041, а $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$ — 322,195, или округленно 322,20.

Расчет ведут вначале на безводную соль:

$$\begin{matrix} 100 - 10 \\ 2000 - x \end{matrix} \qquad x = \frac{10 \cdot 2000}{100} = 200 \ г$$

Следовательно, нужно взять 200 *г* безводной соли. Количество десятиводной соли находят из расчета:

$$142{,}04 - 322{,}2 \qquad x = \frac{200 \cdot 322{,}2}{142{,}04} = 453{,}7\ г$$
$$200 - x$$

Воды в этом случае нужно взять: 2000—453,7 = 1546,3 *г*.

Так как раствор не всегда готовят с пересчетом на безводную соль, то на этикетке, которую обязательно следует наклеивать на сосуд с раствором, нужно указать, из какой соли приготовлен раствор, например 10%-ный раствор Na_2SO_4 или 25%-ный $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$.

Часто случается, что приготовленный ранее раствор нужно разбавить, т. е. уменьшить его концентрацию; растворы разбавляют или по объему, или по массе.

Пример. Нужно разбавить 20%-ный раствор сернокислого аммония так, чтобы получить 2 *л* 5%-ного раствора. Расчет ведем следующим путем.

По справочнику узнаем, что плотность 5%-ного раствора $(NH_4)_2SO_4$ равна 1,0287 *г/см*^{3}. Следовательно, 2 *л* его должны весить 1,0287·2000 = 2057,4 *г*. В этом количестве должно находиться сернокислого аммония:

$$100 - 5 \qquad x = \frac{5 \cdot 2057{,}4}{100} = 102{,}87\ г$$
$$2057{,}4 - x$$

Теперь можно подсчитать, сколько нужно взять 20%-ного раствора, чтобы получить 2 *л* 5%-ного раствора.

Составляем пропорцию:

$$100 - 20 \qquad x = \frac{100 \cdot 102{,}87}{20} = 514{,}35\ г$$
$$x - 102{,}87$$

Полученную массу раствора можно пересчитать на объем его. Для этого массу раствора делят на его плотность (плотность 20%-ного раствора равна 1,1149 *г/см*^{3}), т. е.

$$\frac{514{,}35}{1{,}1149} = 461{,}3\ мл$$

Учитывая, что при отмеривании могут произойти потери, нужно взять 462 *мл* и довести их до 2 *л*, т. е. добавить к ним 2000 — 462 = = 1538 *мл* воды.

Если же разбавление проводить по массе, расчет упрощается. Но вообще разбавление проводят из расчета на объем, так как жидкости, особенно в больших количествах, легче отмерить по объему, чем взвесить.

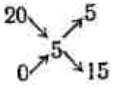
Нужно помнить, что при всякой работе как с растворением, так и с разбавлением никогда не следует выливать сразу всю воду в сосуд. Водой ополаскивают несколько раз ту посуду, в которой проводилось взвешивание или отмеривание нужного вещества, и каждый раз добавляют эту воду в сосуд для раствора.

Когда не требуется особенной точности, при разбавлении растворов или смешивании их для получения растворов другой концентрации можно пользоваться следующим простым и быстрым способом.

Возьмем разобранный уже случай разбавления 20%-ного раствора сернокислого аммония до 5%-ного. Пишем вначале так:

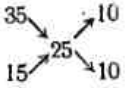


где 20 — концентрация взятого раствора, 0 — вода и 5 — требуемая концентрация. Теперь из 20 вычитаем 5 и полученное значение пишем в правом нижнем углу, вычитая же нуль из 5, пишем цифру в правом верхнем углу. Тогда схема примет такой вид:



Это значит, что нужно взять 5 объемов 20%-ного раствора и 15 объемов воды. Конечно, такой расчет не отличается точностью.

Если смешивать два раствора одного и того же вещества, то схема сохраняется та же, изменяются только числовые значения. Пусть смешением 35%-ного раствора и 15%-ного нужно приготовить 25%-ный раствор. Тогда схема примет такой вид:



т. е. нужно взять по 10 объемов обоих растворов.

Эта схема дает приблизительные результаты и ею можно пользоваться только тогда, когда особой точности не требуется.

Для всякого химика очень важно воспитать в себе привычку к точности в вычислениях, когда это необходимо, и пользоваться приближенными цифрами в тех случаях, когда это не повлияет на результаты работы.

Когда нужна бо́льшая точность при разбавлении растворов, вычисление проводят по формулам.

Разберем несколько важнейших случаев.

Приготовление разбавленного раствора. Пусть a— количество раствора, $m\%$ — концентрация раствора, который нужно разбавить до концентрации $n\%$. Получающееся при этом количество разбавленного раствора x вычисляют по формуле:

$$x = \frac{a \cdot m}{n}$$

а объем воды v для разбавления раствора вычисляют по формуле:

$$v = a\left(\frac{m}{n} - 1\right)$$

Смешивание двух растворов одного и того же вещества различной концентрации для получения раствора заданной концентрации. Пусть смешиванием a частей $m\%$-ного раствора с x частями $n\%$-ного раствора нужно получить $l\%$-ный раствор, тогда:

$$x = \frac{n(l - m)}{n - l}$$

Точные растворы. При приготовлении точных растворов вычисление количеств нужных веществ проводят уже с достаточной степенью точности. Атомные весы элементов берут по таблице, в которой приведены их точные значения.

При сложении (или вычитании) пользуются точным значением слагаемого с наименьшим числом десятичных знаков. Остальные слагаемые округляют, оставляя после запятой одним знаком больше, чем в слагаемом с наименьшим числом знаков. В результате оставляют столько цифр после запятой, сколько их имеется в слагаемом с наименьшим числом десятичных знаков; при этом производят необходимое округление. Все расчеты производят, применяя логарифмы, пятизначные или четырехзначные. Вычисленные количества вещества отвешивают только на аналитических весах.

Взвешивание проводят или на часовом стекле, или в бюксе. Отвешенное вещество высыпают в чисто вымытую мерную колбу через чистую сухую воронку небольшими порциями. Затем из промывалки несколько раз

небольшими порциями воды обмывают над воронкой бюкс или часовое стекло, в котором проводилось взвешивание. Воронку также несколько раз обмывают из промывалки дистиллированной водой.

Для пересыпания твердых кристаллов или порошков в мерную колбу очень удобно пользоваться воронкой, изображенной на рис. 349. Такие воронки изготовляют емкостью 3, 6 и 10 *см*³. Взвешивать навеску можно непосредственно в этих воронках (негигроскопические материалы), предварительно определив их массу. Навеска из воронки очень легко переводится в мерную колбу. Когда навеска пересыпается, воронку, не вынимая из горла колбы, хорошо обмывают дистиллированной водой из промывалки.

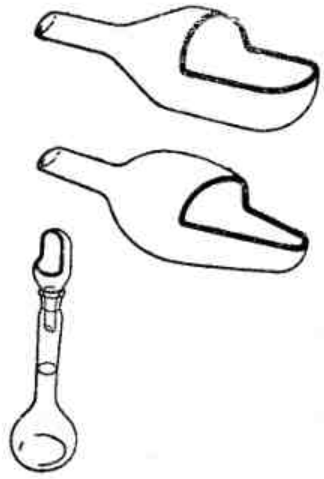


Рис. 349. Воронки для пересыпания навески в колбу.

Как правило, при приготовлении точных растворов и переведении растворяемого вещества в мерную колбу растворитель (например, вода) должен занимать не более *половины* емкости колбы. Закрыв пробкой мерную колбу, встряхивают ее до полного растворения твердого вещества. После этого полученный раствор дополняют водой до метки и тщательно перемешивают.

Молярные растворы. Для приготовления 1 *л* 1 *М* раствора какого-либо вещества отвешивают на аналитических весах 1 *моль* его и растворяют, как указано выше.

Пример. Для приготовления 1 *л* 1 *М* раствора азотнокислого серебра находят в таблице или подсчитывают молекулярную массу $AgNO_3$, она равна 169,875. Соль отвешивают и растворяют в воде.

Если нужно приготовить более разбавленный раствор (0,1 или 0,01 *М*), отвешивают соответственно 0,1 или 0,01 *моль* соли.

Если же нужно приготовить меньше 1 *л* раствора, то растворяют соответственно меньшее количество соли в соответствующем объеме воды.

Нормальные растворы готовят аналогично, только отвешивая не 1 *моль*, а 1 грамм-эквивалент твердого вещества.

Если нужно приготовить полунормальный или децинормальный раствор, берут соответственно 0,5 или 0,1 грамм-эквивалента. Когда готовят не 1 *л* раствора, а меньше, например 100 или 250 *мл*, то берут $^1/_{10}$ или $^1/_4$ того количества вещества, которое требуется для приготовления 1 *л*, и растворяют в соответствующем объеме воды.

После приготовления раствора его нужно обязательно проверить титрованием соответствующим раствором другого вещества с известной нормальностью. Приготовленный раствор может не отвечать точно той нормальности, которая задана. В таких случаях иногда вводят поправку.

В производственных лабораториях иногда готовят точные растворы «по определяемому веществу». Применение таких растворов облегчает расчеты при анализах, так как достаточно умножить объем раствора, пошедший на титрование, на титр раствора, чтобы получить содержание искомого вещества (в *г*) во взятом для анализа количестве какого-либо раствора.

Расчет при приготовлении титрованного раствора по определяемому веществу ведут также по грамм-эквиваленту растворяемого вещества, пользуясь формулой:

$$a = \frac{Э_р\ T\ V}{Э_о\ 1000}$$

где a — количество растворяемого вещества, *г*;
$Э_р$ — величина грамм-эквивалента растворяемого вещества, *г*;
T — титр раствора по определяемому веществу, *г/мл*;
V — заданный объем раствора, *мл*;
$Э_о$ — величина грамм-эквивалента определяемого вещества, *г*.

Пример. Пусть нужно приготовить 3 *л* раствора марганцевокислого калия с титром по железу 0,0050 *г/мл*. Грамм-эквивалент $KMnO_4$ равен 31,61, а грамм-эквивалент Fe — 55,847.

Вычисляем по приведенной выше формуле:

$$a = \frac{31{,}61 \cdot 0{,}0050 \cdot 3000}{55{,}847} = 8{,}4901\ г$$

Стандартные растворы. Стандартными называют растворы с разными, точно определенными концентрациями, применяемые в колориметрии, например растворы, содержащие в 1 *мл* 0,1, 0,01, 0,001 *мг* и т. д. растворенного вещества.

Кроме колориметрического анализа, такие растворы бывают нужны при определении pH, при нефелометрических определениях и пр. Иногда стандартные растворы хранят в запаянных ампулах, однако чаще приходится готовить их непосредственно перед применением.

Стандартные растворы готовят в объеме не больше 1 *л*, а чаще — меньше. Только при большом расходе стандартного раствора можно готовить несколько литров его и то при условии, что стандартный раствор не будет храниться длительный срок.

Количество вещества (в *г*), необходимое для получения таких растворов, вычисляют по формуле:

$$a = \frac{M_1\ T\ V}{M_2(A)}$$

где M_1 — молекулярный вес растворяемого вещества;
T — титр раствора по определяемому веществу, *г/мл*;
V — заданный объем, *мл*;
$M_2(A)$ — молекулярный или атомный вес определяемого вещества.

Пример. Нужно приготовить стандартные растворы $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ для колориметрического определения меди, причем в 1 *мл* первого раствора должно содержаться 1 *мг* меди, второго — 0,1 *мг*, третьего — 0,01 *мг*, четвертого — 0,001 *мг*. Вначале готовят достаточное количество первого раствора, например 100 *мл*.

В данном случае $M_1 = 249{,}68$; $A_{Cu} = 63{,}54$; следовательно, для приготовления 100 *мл* раствора, 1 *мл* которого содержал бы 1 *мг* меди (T = 0,001 *г/мл*), нужно взять

$$a = \frac{249{,}68 \cdot 0{,}001 \cdot 100}{63{,}54} = 0{,}3929\ г\ \ CuSO_4 \cdot 5H_2O$$

Навеску соли переносят в мерную колбу емкостью 100 *мл* и добавляют воду до метки. Другие растворы готовят соответствующим разбавлением приготовленного.

Эмпирические растворы. Концентрацию этих растворов чаще всего выражают в *г/л* или *г/мл*.

Для приготовления эмпирических растворов применяют очищенные перекристаллизацией вещества или реактивы квалификации ч. д. а. или х. ч.

Пример. Нужно приготовить 0,5 *л* раствора $CuSO_4$, содержащего Cu 10 *мг/мл*. Для приготовления раствора применяют $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

Чтобы подсчитать, сколько следует взять этой соли для приготовления раствора заданного объема, подсчитывают, сколько Cu должно содержаться в нем. Для этого объем умножают на заданную концентрацию, т. е.

$$500 \cdot 10 = 5000 \text{ мг}, \quad \text{или} \quad 5{,}0000 \text{ г}$$

После этого, зная молекулярную массу соли, подсчитывают нужное количество ее:

$$\frac{249{,}68 - 63{,}54}{x - 5{,}0000} \quad \text{или} \quad x = \frac{249{,}68 \cdot 5}{63{,}54} = 19{,}648 \text{ г}$$

На аналитических весах отвешивают в бюксе точно 19,648 г чистой соли, переводят ее в мерную колбу емкостью 0,5 л.

Растворение проводят, как указано выше.

Растворы солей

Приблизительные растворы. Растворы солей готовят, как указано выше. Готовый раствор или отфильтровывают, или дают ему отстояться от нерастворимых в воде примесей, после чего при помощи сифона отделяют прозрачный раствор. Полезно проверить концентрацию каждого приготовленного приблизительного раствора. Это легче всего сделать, измерив ареометром плотность и сравнив полученную величину с табличными данными, которые можно найти в справочнике. При большом расхождении табличных данных с полученным результатом измерения последнее повторяют еще раз, и если будет получено снова то же значение, что и при первой проверке, раствор можно «поправить». Если раствор имеет концентрацию меньше заданной, к нему добавляют нужное количество растворяемого твердого вещества. Если же раствор имеет концентрацию больше заданной — добавляют воду и доводят концентрацию до требуемой.

Точные растворы. Точные растворы солей чаще всего готовят для аналитических целей, причем обычно нормальной концентрации. Примеры расчетов для таких случаев приведены выше.

Следует отметить, что некоторые из точных растворов недостаточно стойки при хранении и могут изменяться под действием света или кислорода воздуха, или других, преимущественно органических, примесей, содержащихся в воздухе. Такие точные растворы периодически проверяют.

Например, в точном растворе серноватистокислого натрия при стоянии часто наблюдается выпадение хлопьев серы. Это является результатом жизнедеятельности особого рода бактерий. Растворы марганцевокислого калия изменяются при действии на них света, пыли и примесей органического происхождения. Растворы азотнокислого серебра разрушаются при действии света. Поэтому большие запасы точных растворов солей, нестойких к хранению, иметь не следует. Растворы таких солей хранят с соблюдением известных мер предосторожности.

От действия света изменяются растворы $AgNO_3$, KSCN, NH_4SCN, KI, I_2, HgI_2, $KMnO_4$, $K_2Cr_2O_7$, $K_3[Fe(CN)_6]$ и др.

Растворы щелочей

Приблизительные растворы. Наиболее употребительными растворами щелочей в лабораторной практике являются растворы едкого натра NaOH. Растворы едкого кали KOH готовят редко, растворы же аммиака почти всегда покупают готовыми.

Едкий натр (или едкое кали) имеется в продаже в виде препаратов: технического, чистого и химически чистого. Разница между ними состоит в процентном содержании NaOH (или KOH), а следовательно, и примесей. Технический* NaOH содержит значительные количества NaCl, Na_2CO_3, Na_2SiO_3, Fe_2O_3 и т. д. Чистый реактив содержит минимальное количество этих примесей, а химически чистый реактив содержит только следы их.

Технический едкий натр продают отлитым в железные бочки, чистый — пластинчатыми кусками, а химически чистый — в виде палочек или таблеток.

При растворении щелочи происходит сильное разогревание, в особенности в тех местах, где лежат куски ее. Чтобы растворение шло быстрее, раствор следует все время перемешивать стеклянной палочкой.

Применять стеклянную посуду при растворении щелочи не рекомендуется, потому что она может легко разбиться и работающий может пострадать, так как концентрированный раствор щелочи разъедает кожу, обувь и одеж-

* В технике едкий натр часто называют каустической содой.

ду. Если приходится готовить малые количества щелочи, то можно растворять ее и в стеклянной посуде.

Куски щелочи голыми руками брать нельзя, их следует брать тигельными щипцами, специальным пинцетом или в крайнем случае руками, но обязательно в резиновых перчатках.

Вначале рекомендуется готовить концентрированные растворы щелочи плотности 1,35—1,45 *г/см*³, т. е. 32—40%-ные. В подобных концентрированных растворах щелочи многие примеси не растворяются и при отстаивании раствора оседают на дно. Отстаивание концентрированного раствора щелочи продолжается несколько дней (не меньше двух)*. Отстоявшийся раствор осторожно сливают, лучше всего сифоном, в другой сосуд, а осадок выбрасывают или употребляют для мытья посуды.

Если в лаборатории приходится часто и в больших количествах готовить растворы щелочи, то применяют следующий прием. Сначала полностью растворяют щелочь в фарфоровой чашке, и когда раствор немного остынет (до 40—50 °С), его через воронку сливают в стеклянную бутыль подходящей емкости. Бутыль хорошо закрывают резиновой пробкой, снабженной отверстием, в которое вставляют хлоркальциевую трубку, наполненную натронной известью (для поглощения двуокиси углерода). Когда щелочь отстоится и на дне образуется резко отграниченный слой осадка (в 1—2 *см* от дна), верхний слой раствора сливают в другую бутыль. В резиновую пробку последней вставляют две трубки, одна из которых должна входить приблизительно на $^1/_3$ высоты бутыли, а другая должна быть на 1—2 *см* ниже пробки (рис. 350).

На наружный конец длинной стеклянной трубки насаживают резиновую трубку со стеклянным концом, который опускают в бутыль с отстоявшейся щелочью. Нижний конец этой трубки следует изогнуть так, как показано на рис. 350. Такой конец препятствует захвату осадка со дна бутыли даже в том случае, если конец трубки коснется осадка. Короткую трубку соединяют с вакуум-насосом. Включив насос, отстоявшийся раствор быстро и безопасно перекачивают в другую бутыль. При переливании щелочи нужно следить, чтобы трубка, опущенная

* Естественно, что раствор едкого натра должен отстаиваться без доступа к нему двуокиси углерода.

в сосуд с отстоявшейся щелочью, не поднимала осадок со дна. Поэтому ее в начале переливания держат достаточно высоко над осадком, постепенно опуская к концу переливания.

После этого определяют ареометром плотность раствора и по таблице находят процентное содержание щелочи. Если нужно приготовить более разбавленный раствор, то разбавление проводят, применяя описанные выше способы расчета.

Концентрированные растворы щелочей сильно выщелачивают стекло бутылей, поэтому внутренняя часть бу-

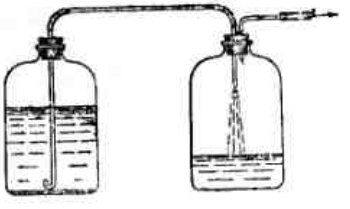


Рис. 350. Приспособление для перекачивания отстоявшихся растворов.

тыли должна быть покрыта парафином или смесью церезина и вазелина или же сплавом парафина с полиэтиленом (см. гл. 3 «Пробки и обращение с ними»).

Для покрытия стенок бутыли парафином несколько кусков его помещают внутрь бутыли и последнюю нагревают в сушильном шкафу или же над электрической плитой или газовой горелкой (*осторожно*) до 60—80 °С. Когда парафин расплавится, бутыль поворачивают и распределяют расплавленную массу тонким слоем по всей внутренней поверхности.

Парафиновый или церезиновый слой можно нанести, применяя раствор этих веществ в авиационном бензине.

Парафин вначале растворяют в бензине, полученный раствор наливают в бутыль, которая должна быть покрыта внутри парафином. Стенки бутыли обмывают внесенным раствором парафина, медленно поворачивая ее по оси в горизонтальном положении. Когда на стекле образуется парафиновая пленка, бутыль продувают воздухом до полного вытеснения паров бензина. Затем бутыль один-два раза споласкивают водой. Только после этого ее можно заполнять щелочью или другой жидкостью.

Обработка бутылей для хранения щелочей особенно важна для аналитических лабораторий, так как предотвращает загрязнение титрованных растворов продуктами выщелачивания стекла.

Точные растворы. Приготовление точных растворов отличается тем, что для них берут химически чистую щелочь, растворяют ее, как указано выше, и определяют содержание щелочи титрованием точным раствором кислоты.

Титр раствора щелочи (т. е. точную концентрацию раствора) лучше всего устанавливать по раствору щавелевой кислоты ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$)*.

Продажную щавелевую кислоту следует один-два раза перекристаллизовывать и только после этого применять для приготовления точного раствора. Это двухосновная кислота, и следовательно, ее эквивалентная масса равна половине молекулярной. Так как последняя равна 126,0665 то эквивалентная масса ее будет:

$$\frac{126,0665}{2} = 63,0333$$

Приготовляя 0,1 н. раствор NaOH, мы должны иметь раствор щавелевой кислоты такой же нормальности, для чего на 1 *л* раствора ее нужно взять:

$$\frac{63,0333}{10} = 6,3033 \text{ г}$$

Но для установки титра такое количество раствора не нужно; достаточно приготовить 100 *мл* или максимум 250 *мл*. Для этого на аналитических весах отвешивают около 0,63 *г* (для 100 *мл*) перекристаллизованной щавелевой кислоты с точностью до четвертого десятичного знака.

Начинающие работники при взятии навесок для установки титра часто стараются отвесить точно указанное в руководстве количество вещества (в нашем случае 0,6303 *г*). Этого делать ни в коем случае не надо, так как такое отвешивание неминуемо требует многократных отсыпаний и досыпаний вещества в тару. В результате часть вещества попадает на чашки весов и на наружную стенку тары и точно отвешенное количество вещества не удастся полностью перенести в мерную колбу. Поэтому приготовленный раствор будет неточным. Наконец, очень многие вещества изменяются на воздухе (теряют кристаллизационную воду или, как говорят, «выветриваются», поглощают из воздуха двуокись углерода и т. д.). Следовательно, чем дольше продолжается взвешивание, тем больше возможность загрязнения вещества. Поэтому сначала на технохимических весах берут навеску, сходящуюся с требуемой в двух первых десятичных знаках, а затем на аналитических весах определяют точную массу. Навеску растворяют в соответствующем объеме растворителя.

Зная массу взятого вещества и объем раствора, легко вычислить его точную концентрацию, которая в нашем случае будет равна не 0,1 н., а немного меньше. При таком способе несколько усложняется расчет, но достигается бóльшая точность и значительная экономия времени.

Когда раствор будет готов, берут из него пипеткой 20 *мл*, переносят в коническую колбу, добавляют несколько капель фенолфталеина и титруют приготовленным раствором щелочи до появления слабого розового окрашивания.

Пример. На титрование израсходовано 22,05 *мл* раствора щелочи. Вычислить его титр и нормальность.

Щавелевой кислоты было взято 0,6223 *г* вместо теоретически рассчитанного количества 0,6303 *г*. Следовательно, концентрация раствора ее не точно 0,1 н., а равна

$$\frac{0,6223 \cdot 10}{63,03} = 0,09873 \text{ н.}$$

Чтобы вычислить нормальность раствора щелочи, следует воспользоваться соотношением $N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$, т. е. произведение объема на нормальность известного раствора равно произведению

---

* Так как едкий натр легко поглощает двуокись углерода, то в щелочи всегда присутствует углекислый натрий. Приготовив раствор едкого натра, обязательно устанавливают его концентрацию путем титрования растворов точных навесок органической кислоты, как, например, щавелевая, яблочная и др. Поэтому нет необходимости разбавлять концентрированный раствор в мерной колбе с доведением уровня раствора точно до метки; можно, перелив его в ту бутыль, где он будет храниться, добавить воду мерным цилиндром. Следует иметь в виду, что при приготовлении растворов едких щелочей основное внимание должно быть уделено защите растворов от двуокиси углерода воздуха. Всякое сокращение операций, при которых раствор может соприкасаться с воздухом, весьма желательно.

объема на нормальность неизвестного раствора. В нашем случае известным является раствор щавелевой кислоты, следовательно

$$20 \cdot 0{,}09873 = 22{,}05 \cdot x$$

или

$$x = \frac{20 \cdot 0{,}09873}{22{,}05} = 0{,}08955 \text{ н.}$$

Нормальность раствора щелочи равна 0,08955.

Чтобы вычислить титр, или содержание NaOH в 1 *мл* раствора, следует нормальность умножить на грамм-эквивалент щелочи и полученное произведение разделить на 1000. Тогда титр раствора щелочи будет:

$$T = \frac{0{,}08955 \cdot 40}{1000} = 0{,}003582 \text{ г/мл}$$

В тех случаях, когда требуются особо чистые растворы едкого натра, их готовят или из спиртовых растворов NaOH, или из амальгамы натрия.

Металлический натрий растворяют в максимально обезвоженном этиловом спирте. Спиртовый раствор готовят приблизительно 5%-ным. Небольшой стакан, наполненный до половины и не больше чем на $^3/_4$ его объема чистым керосином или лигроином, тарируют на технохимических весах дробью или гирьками. Из банки, в которой хранится металлический натрий под керосином или лигроином, берут пинцетом или ножом кусочки натрия и, обрезав наружные корки ножом, переносят в тарированный стакан, отвешивая нужное количество. При этой операции гири и тару ставят на л е в у ю чашку весов, а стакан с керосином — на п р а в у ю чашку.

Иногда вместо металлического натрия применяют металлический калий или растворяют в спирте гидроокись натрия или калия.

Следует помнить, что растворимость при 28 °С в этиловом спирте NaOH меньше, чем растворимость KOH, почти вдвое (соответственно 14,7 *г*/100 *г* и 27,9 *г*/100 *г*).

Спиртовые растворы щелочей обычно имеют слабожелтую окраску, вызываемую осмолением при действии щелочи на примеси, особенно непредельных соединений, которые могут присутствовать в спирте.

Для приготовления бесцветных растворов KOH, не желтеющих и не темнеющих при употреблении и хранении, рекомендован следующий прием. Около 5 *мл* бутилата алюминия прибавляют при перемешивании к 1 *л* этилового спирта при температуре около 20 °С. Этой смеси дают стоять несколько недель, но не меньше месяца, после чего спирт осторожно сливают (лучше всего с применением сифона для декантации) и добавляют к нему требуемое количество KOH. Бутилат алюминия вызывает выпадение в осадок всех примесей, от которых зависит пожелтение или даже потемнение спиртовых растворов щелочей.

Для получения раствора NaOH можно пользоваться также амальгамой натрия. Для ее приготовления отвешивают 2,5 *г* металлического натрия и 100 *г* ртути. Ртуть наливают в пробирку, последнюю помещают в стакан, поставленный в фарфоровую чашку. Предварительно заготавливают несколько стеклянных палочек с оттянутым концом (длина палочек 35—40 *см*). На палочку надевают кусок асбеста так, чтобы при опускании палочки пробирка закрывалась асбестом. При помощи этой палочки вынимают из керосина кусочек металлического натрия величиной с горошину, быстро вытирают его фильтровальной бумагой и вносят в ртуть. Следует учитывать, что при этом возможна легкая вспышка. Постепенно вносят в ртуть весь металлический натрий. Получаемая амальгама (раствор металла в ртути) должна быть жидкой, но она может постепенно затвердеть. Жидкую амальгаму выливают в сосуд с водой, предварительно освобожденной от двуокиси углерода. Сосуд следует снабдить отводной трубкой с клапаном Бунзена. Если амальгама затвердеет, пробирку нужно разбить и кусочки амальгмы поместить в воду, не содержащую двуокиси углерода. Через два дня раствор едкого натра сливают со ртути и устанавливают его нормальность, как описано выше.

О приготовлении растворов, титр которых устанавливают по определяемому веществу, см. выше.

Для приготовления точных растворов щелочей используют также ионообменный способ. Аниониты могут быть применены для очистки растворов едкого натра и едкого кали от карбонатов и для приготовления точных растворов едкого натра и едкого кали, исходя из точных навесок хлористого натрия или хлористого калия.

Если нужно отделить только карбонаты и не загрязнять раствор ионами хлора, первые порции раствора, прошедшего через колонку в Cl-форме, отбрасывают до

тех пор, пока хлорид-ион не перестанет обнаруживаться в пробе раствора.

Насыщенный карбонат-ионами анионит можно снова перевести в Cl-форму обычным приемом, т. е. пропуская через колонку с соляной кислотой, затем колонку хорошо промывают водой.

Для получения точного раствора едкого натра или едкого кали рассчитанную навеску хлористого натрия или хлористого калия, отвешенную на аналитических весах, растворяют в дистиллированной или деминерализованной воде и полученный раствор пропускают через хроматографическую колонку (стр. 597), наполненную анионитом в OH-форме. Из колонки будет вытекать раствор щелочи рассчитанной концентрации.

Точные растворы NaOH или KOH лучше всего сохранять в полиэтиленовой посуде, на которую щелочи не действуют, или в стеклянной посуде парафинированной внутри.

Растворы кислот

Приблизительные растворы. В большинстве случаев в лаборатории приходится пользоваться соляной, серной и азотной кислотами. Эти кислоты имеются в продаже в виде концентрированных растворов, процентное содержание которых определяют по их плотности.

Кислоты, применяемые в лаборатории, бывают технические и чистые. Технические кислоты содержат примеси, а потому при аналитических работах не употребляются.

Концентрированная соляная кислота на воздухе дымит, поэтому работать с ней нужно в вытяжном шкафу. Наиболее концентрированная соляная кислота имеет плотность 1,2 *г/см*³ и содержит 39,11% хлористого водорода.

Разбавление кислоты проводят по расчету, описанному выше (см. стр. 381).

Пример. Нужно приготовить 1 *л* 5%-ного раствора соляной кислоты, пользуясь раствором ее с плотностью 1,19 *г/см*³.

По справочнику узнаем, что 5%-ный раствор имеет плотность 1,024 *г/см*³; следовательно, 1 *л* ее будет весить 1,024·1000=1024 *г*. В этом количестве должно содержаться чистого хлористого водорода:

$$\begin{matrix} 100 - 5 \\ 1024 - x \end{matrix} \quad \text{или} \quad x = \frac{1024 \cdot 5}{100} = 51{,}2\ г$$

Кислота с плотностью 1,19 *г/см*³ содержит 37,23% HCl (находим также по справочнику). Чтобы узнать, сколько следует взять этой кислоты, составляют пропорцию:

$$\begin{matrix} 100 - 37{,}23 \\ x - 51{,}2 \end{matrix} \qquad x = \frac{100 \cdot 51{,}2}{37{,}23} = 137{,}5\ г$$

или $\frac{137{,}5}{1{,}19} = 115{,}5$ *мл* кислоты с плотностью 1,19 *г/см*³. Отмерив 116 *мл* раствора кислоты, доводят объем его до 1 *л*.

Так же разбавляют серную кислоту. При разбавлении ее следует помнить, что *нужно приливать кислоту к воде, а не наоборот*. При разбавлении происходит сильное разогревание, и если приливать воду к кислоте, то возможно разбрызгивание ее, что опасно, так как серная кислота вызывает тяжелые ожоги. Если кислота попала на одежду или обувь, следует быстро обмыть облитое место большим количеством воды, а затем нейтрализовать кислоту углекислым натрием или раствором аммиака. При попадании на кожу рук или лица нужно сразу же обмыть это место большим количеством воды.

Особой осторожности требует обращение с олеумом, представляющим моногидрат серной кислоты, насыщенный серным ангидридом SO_3. По содержанию последнего олеум бывает нескольких концентраций.

Следует помнить, что при небольшом охлаждении олеум закристаллизовывается и в жидком состоянии находится только при комнатной температуре. На воздухе он дымит с выделением SO_3, который образует пары серной кислоты при взаимодействии с влагой воздуха.

Большие трудности вызывает переливание олеума из крупной тары в мелкую. Эту операцию следует проводить или под тягой, или на воздухе, но там, где образующаяся серная кислота и SO_3 не могут оказать какого-либо вредного действия на людей и окружающие предметы.

Если олеум затвердел, его следует вначале нагреть, поместив тару с ним в теплое помещение. Когда олеум расплавится и превратится в маслянистую жидкость, его нужно вынести на воздух и там переливать в более мелкую посуду, пользуясь для этого способом передавливания (см. стр. 388) при помощи воздуха (сухого) или инертного газа (азота).

При смешивании с водой азотной кислоты также происходит разогревание (не такое, правда, сильное, как в

случае серной кислоты), и поэтому меры предосторожности должны применяться и при работе с ней.

В лабораторной практике находят применение твердые органические кислоты. Обращение с ними много проще и удобнее, чем с жидкими. В этом случае следует заботиться лишь о том, чтобы кислоты не загрязнялись чем-либо посторонним. При необходимости твердые органические кислоты очищают перекристаллизацией (см. гл. 15 «Кристаллизация»).

Точные растворы. Точные растворы кислот готовят так же, как и приблизительные, с той только разницей, что вначале стремятся получить раствор несколько большей концентрации, чтобы после можно было его точно, по расчету, разбавить. Для точных растворов берут только химически чистые препараты.

Нужное количество концентрированных кислот обычно берут по объему, вычисленному на основании плотности.

Пример. Нужно приготовить 0,1 н. раствор H_2SO_4. Это значит, что в 1 *л* раствора должно содержаться:

$$\frac{49{,}039}{10} = 4{,}9039\ г \text{ серной кислоты}$$

Кислота с плотностью 1,84 *г/см*³ содержит 95,6% H_2SO_4 и для приготовления 1 *л* 0,1 н. раствора нужно взять следующее количество (x) ее (в *г*):

$$\begin{array}{l} 100 - 95{,}6 \\ x - 4{,}9039 \end{array} \qquad x = \frac{100 \cdot 4{,}9039}{95{,}6} = 5{,}1296\ г$$

Соответствующий объем кислоты составит:

$$\frac{5{,}1296}{1{,}84} = 2{,}79\ мл$$

Отмерив из бюретки* точно 2,8 *мл* кислоты, разбавляют ее до 1 *л* в мерной колбе и затем титруют раствором щелочи и устанавливают нормальность полученного раствора. Если раствор получится более концентрированным, к нему добавляют из бюретки рассчитанное количество воды. Например, при титровании установлено, что 1 *мл* 0,1 н. раствора H_2SO_4 содержит не 0,0049 *г* H_2SO_4, а 0,0051 *г*. Для вычисления количества воды, которое необходимо для приготовления точно 0,1 н. раствора, составляем пропорцию:

$$\begin{array}{l} 1000 - 4{,}9 \\ x - 5{,}1 \end{array} \qquad y = \frac{1000 \cdot 5{,}1}{4{,}9} = 1041\ мл$$

Расчет показывает, что этот объем равен 1041 *мл* и в раствор нужно добавить 1041—1000 = 41 *мл* воды. Следует еще учесть то

* Для отмеривания кислоты пользуются тщательно высушенной бюреткой с притертым краном.

количество раствора, которое взято для титрования. Пусть взято 20 *мл*, что составляет $\frac{20}{1000} = 0{,}02$ от имеющегося объема. Следовательно, воды нужно добавить не 41 *мл*, а меньше: 41—(41·0,02) = = 41 — 0,8 = 40,2 *мл*.

Исправленный раствор следует снова проверить на содержание вещества, взятого для растворения.

Точные растворы соляной кислоты готовят также ионообменным способом, исходя из точной рассчитанной навески хлористого натрия. Рассчитанную и отвешенную на аналитических весах навеску растворяют в дистиллированной или деминерализованной воде, полученный раствор пропускают через хроматографическую колонку (см. стр. 597), наполненную катионитом в Н-форме. Раствор, вытекающий из колонки, будет содержать эквивалентное количество HCl.

Как правило, точные (или титрованные) растворы следует сохранять в плотно закрытых колбах. В пробку сосуда обязательно нужно вставлять хлоркальциевую трубку, заполненную в случае раствора щелочи натронной известью или аскаритом, а в случае кислоты — хлористым кальцием или просто ватой.

Для проверки нормальности кислот часто применяют прокаленный углекислый натрий Na_2CO_3. Однако он обладает гигроскопичностью и поэтому не полностью удовлетворяет требованиям аналитиков. Значительно удобнее пользоваться для этих целей кислым углекислым калием $KHCO_3$, высушенным в эксикаторе над $CaCl_2$.

При титровании полезно пользоваться «свидетелем», для приготовления которого в дистиллированную или деминерализованную воду добавляют одну каплю кислоты (если титруют щелочь) или щелочи (если титруют кислоту) и столько капель индикаторного раствора, сколько добавлено в титруемый раствор.

Приготовление эмпирических, по определяемому веществу и стандартных растворов кислот проводят по расчету с применением формул, приведенных для этих и описанных выше случаев.

Фиксаналы

Для быстрого приготовления точных растворов различных веществ (кислот, щелочей и солей) удобно применять ф и к с а н а л ы. Это — заранее приготовленные

и запаянные в стеклянных ампулах точно отвешенные количества реактива, необходимые для приготовления 1 *л* 0,1 н. или 0,01 н. раствора.

Фиксаналы продаются в коробках, содержащих 10 ампул. На каждой ампуле имеется надпись, указывающая, какое вещество или раствор находится в ампуле, и количество вещества (0,1 или 0,01 *г-экв*).

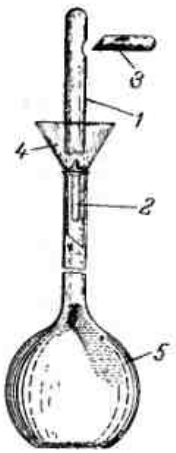


Рис. 351. Прибор для приготовления растворов из фиксанала:
1 — ампула;
2 — боек;
3 — остроконечная палочка для пробивания ампулы сбоку;
4 — воронка;
5 — мерная колба.

Для приготовления точного раствора вначале теплой водой смывают надпись на ампуле и хорошо обтирают ее. В мерную колбу емкостью 1 *л* вставляют специальную воронку с вложенным в нее стеклянным бойком (обычно прилагается к каждой коробке фиксанала), острый конец которого должен быть обращен вверх (рис. 351). Если специальной воронки нет, можно пользоваться обычной химической воронкой, вставив в нее стеклянный боек. Когда боек будет правильно уложен в воронке, ампуле с фиксаналом дают свободно падать так, чтобы тонкое дно ампулы разбилось при ударе об острый конец бойка. После этого пробивают боковое углубление ампулы и дают содержимому вытечь. Затем, не изменяя положения ампулы, ее тщательно промывают дистиллированной водой из промывалки. Для промывки рекомендуется употребить не менее чем шестикратное (по емкости ампулы) количество воды.

Промыв ампулу, ее удаляют, а раствор доливают дистиллированной водой до метки, закрывают колбу пробкой и встряхивают.

Кроме жидких фиксаналов, имеются и сухие. При приготовлении из них растворов ампулу вскрывают так же, как описано выше. Нужно лишь заботиться о том, чтобы воронка была *совершенно сухая*. Когда ампула будет разбита, все содержимое ее осторожным встряхиванием высыпают в колбу, ампулу промывают дистиллированной водой.

В СССР выпускаются фиксаналы: H_2SO_4; HCl; NaOH; KOH; Na_2CO_3; $NaHCO_3$; NaCl; KCl; $Na_2C_2O_4$; $H_2C_2O_4$; $K_2Cr_2O_7$; K_2CrO_4; $Na_2S_2O_3$; $KMnO_4$; $AgNO_3$; NH_4SCN; KSCN; $K_2C_2O_4$; NaSCN; $(NH_4)_2C_2O_4$; I_2; $Na_2B_4O_7$; $BaCl_2$.

Фиксаналы рекомендуется применять во всех случаях, когда требуется быстро приготовить точный раствор; они особенно удобны в мало оборудованных лабораториях, в полевых условиях и пр. Щелочные фиксаналы пригодны только в течение определенного срока. Очень старые (2—3-летней давности) щелочные фиксаналы могут оказаться уже неточными в результате загрязнения продуктами выщелачивания стекла. Остальные препараты, в особенности сухие, могут храниться неопределенно долгий срок.

Некоторые замечания о титровании и точных растворах

Установка титра — одна из ответственнейших операций лабораторной техники. От правильности приготовления титрованного раствора зависит и результат анализа. Не нужно забывать, что, например, на заводе на основе данных анализа осуществляется контроль за течением технологического процесса и неправильный анализ может повести к тем или иным осложнениям. Так как каждый анализ почти всегда сопровождается титрованием, каждый работник лаборатории должен хорошо освоить технику проведения этой операции.

Нужно помнить несколько правил, относящихся к титрованным растворам.

1. Титрованные растворы должны быть по возможности свежими. *Длительное хранение их не должно допускаться*. Для каждого раствора есть свой предельный срок хранения.

2. *Титрованные растворы при стоянии изменяют свой титр*, поэтому их следует иногда *проверять*. Если же делают особенно ответственный анализ, *проверка* титра раствора *обязательна*.

3. Титрованные растворы, *на которые действует свет* (растворы $AgNO_3$ и др.), следует хранить в желтых бутылях или в таких, которые бы *защищали раствор* от действия света.

4. При приготовлении растворов марганцевокислого калия титр их следует устанавливать не ранее чем через 3—4 дня после приготовления. То же относится ко всем другим растворам, способным изменяться со временем или при соприкосновении с воздухом, стеклом и пр.

5. Титрованные растворы *щелочей* лучше хранить в *бутылях, покрытых внутри парафином*, а также защищать их от действия двуокиси углерода воздуха (хлоркальциевая трубка с натронной известью или аскаритом).

6. *Все бутыли с титрованными растворами должны иметь четкую надпись с указанием вещества, нормальности*, поправки, времени изготовления раствора и даты проверки титра.



Рис. 352. Положение рук при титровании.

7. При титровании кислых или щелочных растворов полезно применять так называемый раствор-свидетель.

Во время титрования колбу нужно держать левой рукой, а правой рукой управлять краном бюретки, давая стекать жидкости равномерно. При титровании очень большое значение имеет скорость его. Поэтому при повторном титровании одного и того же раствора нужно, чтобы скорость добавления раствора из бюретки была по возможности одинаковой, т. е. в одно и то же время вытекало бы определенное количество жидкости. Положение рук при титровании показано на рис. 352.

Для перемешивания титруемого раствора очень удобно применять магнитные мешалки. В этом случае титрование можно вести как в обычной конической колбе, так и в специальных, приспособленных для титрования темноокрашенных жидкостей (см. стр. 409).

При аналитических работах большое внимание нужно уделять расчетам. Они не будут казаться трудными, если с самого начала работы усвоить понятия, которые лежат в основе всех расчетов, т. е. понятия о титре, нормальности и грамм-эквиваленте и о связи между ними.

Например, если взята какая-нибудь навеска нужного вещества, то титр T приготовленного раствора будет равен навеске a, деленной на объем (V) раствора:

$$T = \frac{a}{V} \text{ или, если } V = 1000 \text{ мл}, \quad T = \frac{a}{1000}$$

т. е. $a = T \cdot 1000$ г.

Нормальность можно вычислить, если известна навеска a и грамм-эквивалент E растворяемого вещества (т. е. $N = \frac{a}{E}$, если объем равен 1000 мл).

Если же раствор готовят в другом объеме, меньшем или большем, чем 1000 мл, навеску рассчитывают на 1 л, и тогда формула для вычисления нормальности примет вид:

$$N = \frac{a \cdot 1000}{V \cdot E}$$

Эта формула позволяет рассчитывать нормальность раствора из взятой навески независимо от его объема.

Между титром, грамм-эквивалентом и нормальностью существует простая зависимость:

$$T = \frac{N \cdot E}{1000} \text{ или } T = \frac{N \cdot M}{1000\ n}$$

$$N = \frac{T \cdot 1000}{E} \text{ или } N = \frac{T \cdot 1000\ n}{M}$$

Иногда при расчетах пользуются поправкой на нормальность или коэффициентом нормальности K. Эта поправка является отношением титра практического T к титру теоретическому (T_0):

$$K = \frac{T}{T_0}$$

Эта поправка показывает, какому количеству миллилитров точно нормального раствора соответствует 1 мл данного раствора. При умножении результатов титрования (мл) на эту поправку полученный объем приводят к определенной концентрации, например 0,1 н. раствору.

Однако целесообразность пользования поправкой на нормальность очень сомнительна, так как все расчеты можно с успехом делать и без этой поправки, только усложняющей расчет.

При работе с нормальными растворами задача всегда сводится вначале к определению нормальности неизвестного раствора, а затем к определению количества неизвестного вещества, содержащегося в растворе. Таким образом, основной расчетно-аналитической формулой при всех объемных определениях будет

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 V_2 \qquad (1)$$

т. е. произведение нормальности известного раствора на объем известного раствора при достижении конца реакции всегда равно произведению нормальности неизвестного раствора на объем последнего. Это произведение показывает число эквивалентов прореагировавших веществ. Отсюда можно определить нормальность неизвестного раствора N_2, которая будет равна

$$N_2 = \frac{N_1 \cdot V_1}{V_2} \qquad (2)$$

Когда величина N_2 известна, применяют общую формулу для определения нормальности по навеске (a):

$$N_2 = \frac{a \cdot 1000}{E \cdot V} \qquad (3)$$

Поскольку задачей аналитика является определение величины a, из этой формулы находят:

$$a = \frac{N_2 \cdot V \cdot E}{1000} \qquad (4)$$

Или, подставив значение N_2 из формулы (2), получим:

$$a = \frac{N_1 \cdot V_1 \cdot V \cdot E}{V_2 \cdot 1000}$$

где N_1 — нормальность известного раствора;
V_1 — объем известного раствора, пошедшего на титрование;
V_2 — объем определяемого раствора;
V — объем пробы неизвестного раствора;
E — грамм-эквивалент искомого вещества.

Приведенные формулы позволяют проводить все расчеты без поправок на нормальность, так как принимается, что она может быть выражена любым целым или дробным числом. Главное во всяком расчете найти количество эквивалентов, при умножении которых на величину грамм-эквивалента всегда получится количество искомого вещества.

Пример. Пусть была взята навеска 0,5000 *г* руды, содержащей железо. После ее растворения и разбавления полученного раствора до 100 *мл* в мерной колбе для титрования методом перманганатометрии каждый раз берут по 10 *мл* анализируемого раствора.

Раствор $KMnO_4$ — 0,0495 н. На титрование пошло: 11,2; 11,1; 11,0; 11,1 *мл* раствора $KMnO_4$. Берем среднее 11,1 *мл*.

Нормальность раствора $11{,}1 \cdot 0{,}0495 = 10 \cdot N_2$, откуда

$$N_2 = \frac{11{,}1 \cdot 0{,}0495}{10}$$

Количество Fe в 100 *мл* раствора (грамм-эквивалент Fe в данном случае равен 55,85):

$$a = \frac{N_2 \cdot V \cdot E}{1000} = \frac{11{,}1 \cdot 0{,}0495 \cdot 100 \cdot 55{,}85}{10 \cdot 1000} \; г$$

Чтобы выразить содержание железа в руде в процентах, правую часть равенства умножают на 100 и делят на взятую навеску руды, т. е.

$$a = \frac{11{,}1 \cdot 0{,}0495 \cdot 100 \cdot 55{,}85 \cdot 100}{10 \cdot 1000 \cdot 0{,}5000} = 60{,}68\% \text{ Fe}$$

Расчеты при титровании с помощью весовых бюреток

При титровании с помощью весовых бюреток следует применять специально приготовленные растворы с известным содержанием вещества.

Пример. Надо приготовить раствор щавелевой кислоты с содержанием 0,0045 *г* в 1 *г* раствора. В 1 *кг* такого раствора будет содержаться $0{,}0045 \cdot 1000 = 4{,}500$ *г* щавелевой кислоты, или 4,5 *г*. Следовательно, воды нужно взять $1000 - 4{,}5 = 995{,}5$ *г*. Воду можно отвесить на технохимических весах или можно взять определенный объем воды, который при данной температуре будет занимать 995,5 *г*.

По справочнику находим, что, например, при 20 °С плотность воды равна 0,99823 *г/см*^{3}. Нужный объем вычисляем из соотношения:

$$\frac{995{,}5}{0{,}99823} = 997{,}2 \; мл$$

Точно отмеривают этот объем и растворяют в нем 4,5000 *г* щавелевой кислоты. Расчет показывает, что 1 *г* такого раствора содержит 0,1 *мг-экв*.

Таким образом, если при титровании, например, щелочи будет израсходовано 11,5 *г* раствора щавелевой кислоты, это будет соответствовать:

$$11{,}5 \cdot 0{,}1 \cdot 0{,}04 = 0{,}046 \; г \text{ щелочи (NaOH)}$$

или

$$a = \frac{11{,}5 \cdot 0{,}1 \cdot 40}{1000} = 0{,}0460 \; г$$

Для вычисления количества вещества пригодна та же формула, которую применяют при пользовании объемной бюреткой, но с той разницей, что вместо величины объема в нее входит величина массы израсходованного титрованного раствора.

Рациональные величины

При количественных определениях весовым объемным, фотометрическим, полярографическим и другими методами весьма удобно пользоваться рациональными величинами, благодаря чему значительно облегчается и ускоряется получение точных результатов анализа. Рациональными величинами являются заранее рассчитанные величины навесок, объемов, титров и аликвотных частей, применение которых позволяет определить результаты анализа непосредственно по показаниям измерительного прибора (по бюретке, шкале гальванометра, фотоколориметра, весов и т. д.). Таким образом, содержание определяемого компонента читается прямо по шкале прибора, т. е.

$$a = b \qquad (1)$$

где a — содержание компонента (например, какого-нибудь элемента), в соответствующих единицах (*г*, %, *г/л* и т. п.);

b — показания прибора.

Однако обычно, чтобы получить результат анализа, показания прибора следует умножить на коэффициент мультиплетности* K_1, который выражается цифрой — 1; 10; 100 и т. д.

Тогда формула (1) приобретает вид

$$a = K_1 b \qquad (2)$$

Рациональные величины удобно применять при различных видах анализов, как одиночных, так и массовых и особенно — экспрессных. Без применения рациональных величин невозможно автоматизировать аналитические процессы.

Весовой анализ. При весовых определениях для упрощения расчетов принято пользоваться «химическим множителем» или «фактором пересчета» M, при умножении на который массы полученного осадка b находят количество искомого элемента или какого-то соединения a, т. е.

$$a = Mb \quad \text{или} \quad a = \frac{Mb}{c} \qquad (3)$$

где c — количество анализируемого вещества.

При этом масса весовой формы должна равняться содержанию искомого элемента ($b = a$), а величина рациональной навески в общем случае — химическому множителю, который можно найти в справочниках по аналитической химии. Но при определении величины рациональной навески в каждом данном случае следует учитывать коэффициент мультиплетности K_1 и коэффициент пересчета K_2 результатов анализа в соответствующие единицы (*г*, % и т. п.). Эти коэффициенты должны быть введены в указанную выше формулу для подсчетов результатов анализа

$$a = \frac{MbK_2}{cK_1} \qquad (4)$$

Из этого уравнения легко вычислить величину рациональной навески c

$$c = \frac{MK_2}{K_1} \qquad (5)$$

Коэффициент K_2 может принимать различные значения: для выражения результатов в процентах он равен 100; в *г/л* — 1000; *мг/л* — 10^6 и т. д.

Если анализируются жидкости и газы, вместо величины рациональной навески находят величину рационального объема пробы (V) по формуле

$$V = \frac{MK_1}{K_2} \qquad (6)$$

Пример. Найти рациональную навеску для весового определения магния в виде пирофосфата. Сплав содержит примерно 3% магния.

Воспользуемся формулой (5). Химический множитель для пересчета взвешиваемого пирофосфата на металлический магний — 0,2185. Коэффициент мультиплетности K_1 примем равным 1, а коэффициент K_2 — 100 (чтобы получить результат анализа в процентах), тогда рациональная навеска будет 21,85 *г*. Однако такую навеску брать нецелесообразно. Поэтому будем считать достаточной величину взвешенного осадка около 0,3 *г*, а коэффициент мультиплетности K_1 следует принять равным 10. Тогда рациональная навеска составит:

$$c = \frac{100 \cdot 0{,}2185}{10} = 2{,}185 \text{ г}$$

---

* Коэффициентом мультиплетности называют величину, на которую нужно умножить полученное значение, чтобы получить истинный результат.

Содержание магния (%) рассчитывается по формуле

$$Mg = 10a$$

где a — навеска пирофосфата магния.

Объемный метод. При применении этого метода с использованием рациональных величин содержание компонента должно быть равно объему раствора, израсходованного на титрование. В объемном анализе, в отличие от весового пользуются несколькими величинами: навеской (или объемом) анализируемого вещества, титром, нормальностью и объемом аликвотной пробы.

Величина рациональной навески c для данного титрованного раствора рассчитывается по формуле

$$c = \frac{TK_2}{K_1} \qquad (7)$$

где T — титр данного раствора;

K_1 и K_2 — коэффициент мультиплетности и пересчета.

При заданной заранее навеске анализируемого вещества можно пользоваться рациональным титром

$$T = \frac{cK_1}{K_2} \qquad (8)$$

где c — навеска анализируемого вещества, *г*.

Если титруют аликвотную часть, а не всю навеску, при вычислении рационального титра следует учитывать размер аликвотной части и рациональный титр вычислять по формуле

$$T = \frac{cK_1V_2}{K_2V_1} \qquad (9)$$

где V_1 — объем раствора, в котором содержится вся навеска, *мл*;

V_2 — объем аликвотной части, *мл*.

Коэффициент K_2, в зависимости от выражения результатов анализа, принимает в объемном анализе, как и в весовом, различные значения.

Величину рационального титра рассчитывают перед анализом, а уже затем готовят титрованный раствор.

Постоянство рациональных величин в объемном анализе, как правило, не сохраняется. Срок годности их определяется устойчивостью титрованного раствора. При каждом изменении титра необходимо делать соответствующие пересчеты.

Применять рациональные величины в объемном анализе можно при любом методе фиксирования точки эквивалентности, т. е. при любых методах титрования — потенциометрическом, кондуктометрическом, высокочастотном и пр.

Пример 1. Найти величину рациональной навески для определения меди иодометрическим методом с использованием титрованного раствора тиосульфата натрия. Содержание меди в анализируемом образце составляет от 1 до 4%.

Примем $K_1 = 1$, тогда исходя из формулы (7) рациональная навеска c должна быть равной произведению 100T. Раствор тиосульфата натрия имеет титр по меди — 0,01 *г/мл*, при титровании он будет расходоваться в количестве от 1,0 до 4,0 *мл* и величина рациональной навески должна быть 1 *г*.

В данном случае необходимо пользоваться микробюреткой.

Пример 2. Рассчитать рациональный титр комплексона III для определения никеля в титановом сплаве. Содержание никеля в сплаве — до 5%.

Величину титра вычисляют по формуле (9).

Когда навеска сплава, взятого для анализа, равна 1 *г* и для титрования берется определенная часть ее, достаточной точности анализа можно достичь при титровании из микробюретки. При титровании 0,1 навески и в случае, если $K_1 = 1$, а $K_2 = 100$, рациональный титр равен 0,001 *г/мл*.

Растворение жидкостей

Водные растворы жидких веществ, преимущественно органических, в лабораториях готовят не так часто. Важнейшими жидкостями, растворы которых иногда приходится готовить, являются метиловый и этиловый спирты, ацетон и некоторые другие.

Ввиду того что отвешивание рассчитанного количества жидкости достаточно сложно, чаще всего вместо весовых количеств берут определенные объемы жидкостей.

После сливания отмеренных объемов жидкостей раствор перемешивают.

Приготовленные растворы проверяют на содержание растворенного вещества или по плотности, или по молекулярной рефракции.

Растворение газов

В лабораториях чаще всего приходится готовить растворы аммиака, пользуясь для этого аммиаком из баллонов для жидких или сжатых газов. Для этого подготав-

ливают установку, состоящую из баллона с аммиаком, предохранительной склянки (типа двухгорлой склянки Вульфа или соответственно оборудованной одногорлой склянки) и большой бутыли с дистиллированной водой.

Баллон соединяют с предохранительной склянкой лучше всего при помощи толстостенной вакуумной резиновой трубки или при помощи обычной резиновой трубки, обмотанной изоляционной лентой. Отводную трубку предохранительной склянки соединяют при помощи обычной резиновой трубки со стеклянной трубкой, опущенной почти до дна бутыли с дистиллированной водой. Газообразный аммиак выпускают из баллона очень осторожно, чтобы не создалось большое давление. Периодически раствор следует перемешивать той же стеклянной трубкой, через которую подается аммиак. Плотность получаемого раствора проверяют при помощи ареометра для жидкостей легче воды. Когда будет достигнута нужная плотность раствора, прежде всего закрывают вентиль баллона с аммиаком, а затем уже разбирают установку.

Индикаторы

Индикаторами называют вещества, применяемые при объемно-аналитических определениях и в некоторых других случаях для определения конца реакции.

Момент окончания реакции определяют или по изменению окраски (например, метилового оранжевого) или же по исчезновению или появлению ее (например, фенолфталеина).

Применять один и тот же индикатор во всех случаях титрования нельзя: это может повести к ошибкам. Поэтому нужно точно придерживаться указаний, какой индикатор применять в каждом отдельном случае. Если в методике анализа сказано, что в качестве индикатора берут метиловый оранжевый, то его и следует брать, не заменяя, например, лакмусом.

Индикаторы готовят обычно в виде разбавленных водных, спирто-водных или спиртовых растворов.

Изменение окраски индикатора зависит от изменения концентрации ионов водорода (pH), причем каждый индикатор меняет окраску только в определенных интервалах pH.

Индикаторы применяют также для определения реакции растворов (фильтровальная бумага, пропитанная соответствующим индикатором). Во всех случаях определения реакции раствора при помощи индикаторной бумаги не следует опускать ее в раствор. Надо взять маленькую каплю жидкости при помощи или тонкого капилляра или тонкой стеклянной палочки и захваченную жидкость наносить на индикаторную бумагу.

При титровании темноокрашенных жидкостей встречаются большие трудности, так как часто невозможно установить момент изменения окраски обычных индикаторов. В таких случаях полезно применять так называемые

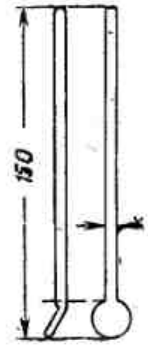


Рис. 353. Титровальные палочки.

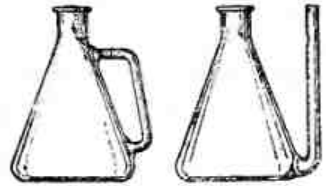


Рис. 354. Колбы с отводной трубкой, используемые для титрования темноокрашенных и непрозрачных растворов.

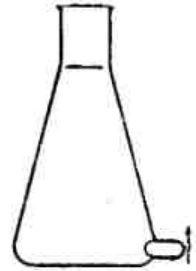


Рис. 355. Колба Фрея для титрования темноокрашенных жидкостей.

титровальные палочки (рис. 353). Тонкий слой жидкости позволяет легче заметить изменение окраски, особенно если разглядывать его на фоне белой, предпочтительнее баритовой (бланфиксовой), бумаги. Метод работы очень простой: палочку погружают в исследуемую жидкость, после каждой добавки раствора из бюретки палочку вынимают и о результате титрования судят по окраске тонкого слоя жидкости, оставшегося на палочке.

В этих же случаях можно пользоваться способом капель. На чистую белую фарфоровую или эмалированную дощечку наносят очень малое количество титруемой жидкости (на кончике капилляра) так, чтобы образовалась мельчайшая капля. Изменение цвета раствора хорошо заметно, если капельки помещать в ряд.

Для титрования темноокрашенных жидкостей применяют хемолюминесцентные pH-индикаторы. Так, д и-

Метилнафтэйродин (6-диметиламино-1,2-бензофеназин) растворяют в спирте и несколько капель индикатора добавляют в титруемый раствор. При облучении последнего ультрафиолетовым светом при pH 3,2—3,8 наблюдается переход флуоресценции от лиловой к оранжевой.

Люминол (гидразид 3-аминофталевой кислоты) трудно растворяется в спирте, поэтому применяют 0,01%-ный раствор люминола в спирте. Раствор его в присутствии перекиси водорода при pH больше 8 светится в темноте. Титрование кислот щелочами в присутствии этого индикатора следует проводить в темной комнате или в камере.

4-Этоксиакридон растворим в спирте и уксусной кислоте. Его растворы флуоресцируют в ультрафиолетовом свете. Переход цвета флуоресценции от зеленого к синему происходит при pH 1,3—3,2.

Для титрования темноокрашенных жидкостей применяют также специальные колбы (рис. 354). Они отличаются от обычных тем, что имеют боковые отводные трубки небольшого диаметра, позволяющие наблюдать цвет окрашенного раствора в сравнительно тонком слое.

Колбы Фрея для титрования темноокрашенных жидкостей (рис. 355) в нижней части имеют плоский выступ, в котором удобно наблюдать сравнительно тонкий слой титруемой жидкости.

Автоматическое титрование

Для аналитических работ большое значение имеет автоматизация процессов титрования. Это важно по многим причинам: 1) устраняется индивидуальная ошибка работающего; 2) ускоряется процесс титрования; 3) представляется возможным автоматически проводить запись кривых титрования, что во многих случаях имеет существенное значение.

Естественно, что при автоматизации процессов титрования особое значение приобретает индикация, т. е. определение конца титрования. Имеющиеся в настоящее время аппараты для автоматического титрования чаще всего приспособлены для потенциометрического титрования, позволяющего обходиться без цветных индикаторов. Обычно такие аппараты состоят из двух частей (рис. 356):

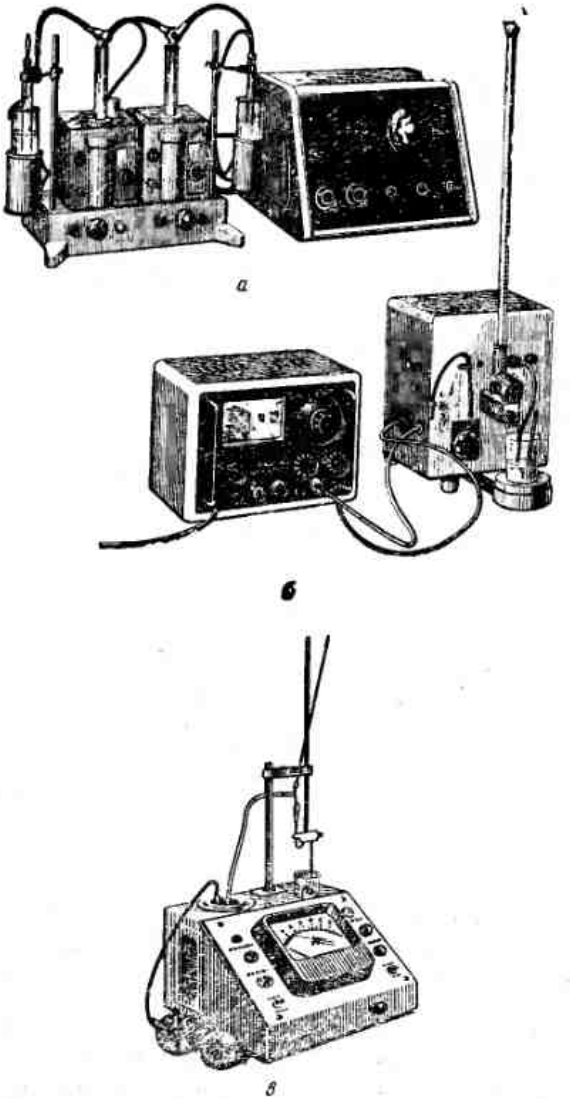


Рис. 356. Приборы для автоматического титрования:
а — с поршневой бюреткой; *б* — с обычной бюреткой; *в* — титратор ТВ-6Л1.

электронного устройства и приспособления для перемешивания. Величину pH измеряют с помощью каломельного, серебряного, платинового или других электродов, что зависит от объекта исследования.

Автоматический титратор (рис. 356, *а*) с поршневой бюреткой имеет высокую точность титрования.

Импульсный титратор (рис. 356, *б*) работает от сети переменного тока, причем бюретка его может быть емкостью до 50 *мл*. В этом случае точность отсчета по бюретке составляет 0,1 *мл*.

Чтобы начать титрование, достаточно нажать кнопку. Стеклянный кран бюретки откроется автоматически и закроется только в точке перехода. Точность отсчета по бюретке составляет ±0,05 *мл*. Раствор во время титрования перемешивается магнитной мешалкой, составляющей часть прибора; число оборотов ее можно регулировать. Измерительная цепь контролирует электрохимические изменения, происходящие при титровании, и управляет сервомеханизмом подачи, который дозирует добавляемый раствор, логарифмически изменяя дозу до эквивалентной точки. Вследствие того, что аппарат работает на принципе измерения pH, его можно применять для титрования не только прозрачных, но и мутных растворов. Продолжительность титрования в среднем не превышает 50 *сек*.

Действие высокочастотного лабораторного титратора ТВ-6Л1 (см. рис. 356, *в*) основано на применении метода высокочастотной кондуктометрии. Падение напряжения в ячейке титрования, а следовательно, и уменьшение электропроводности зависят от изменения концентрации раствора.

Титратор ТВ-6Л1 предназначен для титрования: водных и неводных растворов кислот, щелочей и солей (концентрация от 0,0001 н. до 1 н.); растворов, загрязненных выпадающими осадками; окрашенных растворов, для которых трудно, а иногда невозможно подобрать неметаллические ампулы (путем сравнения с эталоном).

В СССР выпускаются и другие автоматические титраторы. Титратор ТФЛ-46 с фотоэлектрической индикацией конца титрования относят к полуавтоматическим приборам, однако, за исключением подготовки пробы для анализа, все операции титрования в аппарате автоматизированы: заполнение бюретки до нулевого уровня производится с точностью 0,01 $см^3$, подача титранта автоматически

прекращается в момент наступления точки эквивалентности (с относительной погрешностью не более 1%). Прибор имеет восемь сменных цветных светофильтров в области от 400 до 720 *нм*, четыре аналитические ячейки с объемом для анализируемой пробы в пределах от 10 до 200 $см^3$, сменные титрующие бюретки емкостью от 5 до 50 $см^3$ и фотоэлемент типа Ф-9. Для перемешивания анализируемого раствора во время титрования применяется магнитная мешалка. Этот прибор может быть снабжен также фотоэлектрическим расходомером, имеющим выход на вторичный прибор для автоматической регистрации и записи расхода титрующего раствора.

Титрующий анализатор типа ТЛ-ФП-67/571 имеет фотоэлектрическую и потенциометрическую фиксацию точки эквивалентности. Прибор снабжен сменными бюретками емкостью от 2 до 50 $см^3$.

При фотометрическом титровании объемы анализируемых растворов составляют от 3 до 100 $см^3$, а при микропотенциометрическом — от 1,5 до 20 $см^3$. При титровании с обычными электродами из комплекта pH-метра ЛПМ-60М — 20 $см^3$ и выше.

Бюретки емкостью от 2 и 5 $см^3$ заполняются до нулевого уровня автоматически с точностью 0,01 $см^3$; бюретки емкостью 25 и 50 $см^3$ — с точностью 0,05 $см^3$. В момент достижения точки эквивалентности автоматически прекращается подача титрующего раствора. По мере приближения к точке эквивалентности скорость подачи титрующего раствора автоматически уменьшается. Это повышает точность анализа.

Блочно-модульное построение прибора позволяет самостоятельно использовать отдельные узлы прибора, такие, как магнитная мешалка, pH-метр, фотоабсорбциометр.

Неводные растворы

Неводными называют растворы, в которых растворителем служат органические вещества* — спирты, эфиры, бензол и др.

---

* Неводные растворы, в которых растворителем является неорганическое вещество, как, например, жидкий NH_3, Hg и т. д., здесь не рассматриваются ввиду сравнительно узкой области их применения и малой распространенности в обычной лабораторной работе.

Обычно органические растворители употребляются для растворения органических жидких и твердых веществ, например масел, жиров, смол и т. д., и реже — неорганических веществ, как, например, некоторых солей, щелочей и минеральных кислот.

В настоящее время органические растворители применяют в практике аналитической химии для так называемого неводного титрования. Известно, что многие неорганические вещества растворяются в органических растворителях. Для неводного титрования готовят растворы с нормальной концентрацией подобно тому, как для обычного титрования. Естественно, что свойства растворов в органических растворителях, применяемых для аналитических целей, отличаются от свойств водных растворов, так как поведение неорганических веществ в растворах прямо зависит от примененного растворителя.

При приготовлении растворов в органических растворителях расчеты проводят в зависимости от назначения раствора. Если он нужен не для аналитических целей, концентрацию растворенного вещества можно выражать в процентах, в граммах на литр и в молях органического вещества, т. е. так же, как и для водных растворов.

Растворители, в зависимости от цели и назначения раствора, применяются или химически чистыми или в виде технических препаратов. Иногда химически чистые препараты могут быть получены из технических путем очистки.

Очень многие органические растворители, применяемые в лаборатории, огнеопасны, и обращение с ними должно быть таково, чтобы исключалась возможность воспламенения.

В лаборатории *не разрешается держать большой запас таких растворителей*, их нужно иметь столько, сколько требуется для работы.

К о г н е о п а с н ы м относятся: диэтиловый эфир, спирты, ацетон, сероуглерод, бензол, бензин, петролейный эфир и др.

К о г н е б е з о п а с н ы м относятся хлорпроизводные, как четыреххлористый углерод, дихлорэтан, трихлорэтилен и т. п.

Почти все органические растворители *вредно действуют на здоровье*, а поэтому необходимо *избегать вдыхания воздуха*, содержащего их пары.

Работать с органическими растворителями нужно *под тягой, чтобы не загрязнять воздух помещения их парами.*

Также совершенно *недопустимо выпаривать* органические растворители *на лабораторных столах*, не принимая каких-либо мер для улавливания их паров. Если по какой-либо причине улавливать пары нельзя, то *выпаривание нужно вести только под тягой.*

Следует помнить, что органические растворители дороги, их нужно использовать экономно и рационально, по возможности избегая лишних потерь.

Для растворения применяют в большинстве случаев *сухие* органические растворители, т. е. такие, которые не содержат воды.

О сушке органических растворителей см. гл. 16 «Высушивание».

Растворение в органических растворителях

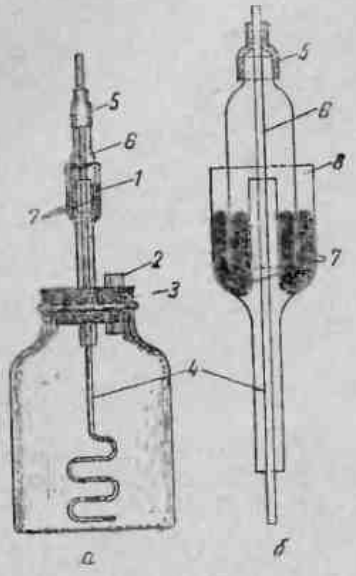
Растворение веществ в органических растворителях несколько отличается от растворения в воде. Во-первых, если растворяют в летучих растворителях (диэтиловый эфир, ацетон, петролейный эфир и т. д.), нужно принимать меры к тому, чтобы они не улетучивались; во-вторых, если растворяют в сухих (безводных) растворителях, нужно предупредить попадание в растворитель влаги из воздуха. Исходя из этих соображений, растворение ведут при соблюдении определенных мер предосторожности.

Если вещество легко растворяется, то операцию можно вести в сосуде с притертой пробкой. Вначале в сосуд насыпают растворимое вещество, а затем добавляют растворитель. Пробку закрывают и сосуд несколько раз встряхивают. Если же растворение идет медленно и притом для ускорения его необходимо постоянное перемешивание, то раствор готовят в специальном приборе (рис. 357) с механической мешалкой.

Разберем случай растворения какого-нибудь органического вещества в органическом растворителе, например растворение ацетилцеллюлозы (эфир целлюлозы) в ацетоне.

К широкогорлой банке подбирают соответствующую корковую пробку, в которой просверливают два отверстия: одно в центре, а другое, пошире, ближе к краю.

Центральное отверстие служит для закрепления в нем ртутного затвора; во второе вставляют широкую стеклянную трубку с подобранной к ней резиновой пробкой. Ртутный затвор (рис. 357, *б*) служит для того, чтобы не дать испаряться ацетону; через широкую трубку вводят растворяемое вещество.



а *б*

Рис. 357. Схема прибора с ртутным затвором для растворения в органических растворителях:

а — прибор; *б* — ртутный затвор; *1* — ртутный затвор; *2* — люк; *3* — пробка; *4* — мешалка; *5* — предохранительный колпачок; *6* — внутренняя трубка; *7* — ртуть; *8* — корпус ртутного затвора.

Во внутреннюю трубку ртутного затвора вставляют мешалку того или иного типа. Вставив корпус ртутного затвора *8* в пробку, через внутреннюю трубку *6* пропускают стержень мешалки, после чего на наружный конец мешалки надевают стеклянный предохранительный колпачок *5*. Верхний конец мешалки закрепляют в шкиве и проверяют, не болтается ли мешалка из стороны в сторону при вращении шкива. Добившись правильного отвесного положения мешалки, в трубку ртутного затвора наливают ртуть до уровня, показанного на рис. 357, *б*. При неправильном закреплении мешалки она может или сломать ртутный затвор или переломиться сама. Мешалки бывают самых разнообразных видов (рис. 358); их легко изготовить из стеклянной палочки, без помощи стеклодува.

Не следует сообщать мешалке большое число оборотов, так как это может повести к расплескиванию жидкости или к поломке мешалки, если она почему-либо заденет за стенку сосуда. В последнем случае может также разбиться сосуд, в котором проводится растворение; поэтому движение от мотора к мешалке часто передают через несколько шкивов.

Скорость вращения мешалки устанавливают в зависимости от вязкости получаемого раствора; нужно помнить, что чем выше вязкость, тем труднее вращать мешалку и тем легче сломать ее.

Когда прибор собран и проверен, в сосуд наливают ацетон, хорошо закрывают пробку, соединяют механический привод и пускают в ход мотор. При этом нужно заботиться о том, чтобы ртуть не плескалась и чтобы сосуд был укреплен прочно и не болтался из стороны в сторону.

Открыв широкую трубку, добавляют по мере растворения небольшими порциями ацетилцеллюлозу, трубку каждый раз закрывают пробкой.

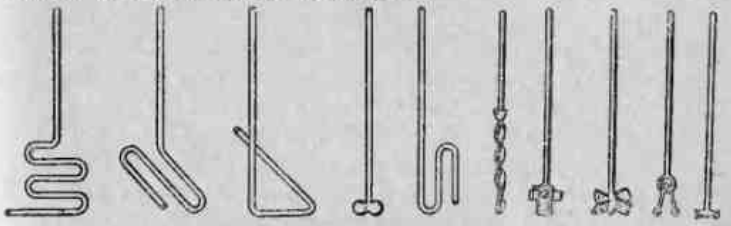


Рис. 358. Мешалки.

В тех случаях, когда не приходится опасаться улетучивания растворителя и можно работать без ртутного затвора и пробки, монтаж прибора значительно облегчается.

Нагревание часто ускоряет растворение, но его можно применять не всегда. Для растворения при нагревании собирают прибор, состоящий из колбы и обратного холодильника.

Подлежащее растворению вещество вносят в колбу, затем туда же наливают растворитель, присоединяют к колбе обратный холодильник и (в зависимости от взятого растворителя) нагревают на водяной или воздушной, или другой подходящей бане.

Очень важен порядок введения вещества и растворителя. Если вещество представляет собой тонкий порошок, то вначале в колбу наливают растворитель, а затем небольшими порциями вносят вещество, каждый раз перемешивая раствор. Если же вначале насыпать порошок, а потом налить растворитель, то первый сразу же может набухнуть, образуя слипшийся ком, растворение которого потребует много времени и труда.

Только в тех случаях, когда растворяемое вещество не обладает способностью набухать перед растворением, способ растворения большого значения не имеет.

Как правило, после окончания растворения полученный раствор следует обязательно профильтровать, чтобы отделить все посторонние нерастворившиеся вещества.

В тех случаях, когда растворение должно идти при низких температурах, устраивают искусственное охлаждение льдом или водой. Банку или другой сосуд, в котором проводится растворение, помещают в эмалированную или металлическую кастрюлю; между стенками кастрюли и сосудом прокладывают в трех-четырех местах пробки так, чтобы сосуд в кастрюле был укреплен неподвижно; кастрюлю укрепляют по возможности прочно и в нее наливают воду или кладут лед. В первом случае можно даже устроить непрерывную циркуляцию воды. Для этого в кастрюлю опускают резиновую трубку, соединенную с водопроводным краном, кастрюлю наполняют водой и закрывают кран. Затем устанавливают сифон для стока воды, и когда вода начнет убывать, вновь открывают водопроводный кран, регулируя подачу воды таким образом, чтобы вода была постоянно на одном уровне.

При приготовлении охлаждающих смесей часто возникает необходимость разбивать большие куски льда. При разбивании льда молотком осколки его разлетаются во все стороны и много льда теряется. Легко и почти без потерь можно расколоть лед на куски нужного размера следующим образом. На кусок льда ставят напильник и не очень сильно ударяют по нему молотком. Куски льда лучше всего откалывать от краев глыбы.

Обесцвечивание растворов

Растворы многих, преимущественно органических, веществ, приготовленные из технических препаратов, часто имеют окраску. Она вызывается присутствием в растворе примесей, главным образом смолистого характера. Очень часто для очистки этих веществ от окрашенных примесей применяют избирательную адсорбцию. В качестве адсорбентов используют активированный уголь, окись алюминия, силикагель, кизельгур и др.

Обесцвечивание растворов можно проводить двумя путями: фильтрованием через слой адсорбента и добавлением адсорбента в очищаемый раствор, кипячением его и отфильтровыванием адсорбента.

Фильтрование через слой адсорбента. Если нужно осветлить небольшое количество жидкости, применяют прибор, сходный с воронкой Аллина или колонкой для хроматографирования. Если жидкости много, применяют воронку Бюхнера или обычную воронку, снабженную пластинкой из пористого стекла. В прибор помещают слой адсорбента. В случае использования воронки Бюхнера на фарфоровую сетку нужно сначала положить слой крупнопористой фильтровальной бумаги, на который насыпают слой адсорбента толщиной не менее 1 *см*, а если нужно обесцветить большой объем жидкости, слой адсорбента должен быть увеличен.

Наиболее приемлемым адсорбентом при этом способе осветления растворов является окись алюминия. Можно пользоваться и другими адсорбентами, однако только в том случае, если слишком мелкие размеры частиц адсорбента не являются помехой.

Добавление адсорбента в очищаемый раствор. Этот способ распространен более всего. Эффективность обесцвечивания зависит и от адсорбента, и от свойств растворителя. Растворы в полярных растворителях лучше всего обесцвечивать различными сортами активированных углей. Обычная окись алюминия дает лучшие результаты в неполярных растворителях. Активированная же окись алюминия пригодна как для полярных, так и неполярных растворителей.

Для работы следует брать небольшое количество адсорбента и вводить его в холодный раствор. После перемешивания раствор с добавленным адсорбентом нагревают и некоторое время кипятят, после чего адсорбент отфильтровывают. Однако нагревать с активированным углем легкоокисляющиеся вещества опасно, так как они могут окисляться кислородом, адсорбированным на поверхности угля. В подобных случаях положительный результат достигается хорошим перемешиванием раствора. Продолжительность перемешивания устанавливается опытным путем.

При фильтровании обесцвеченного раствора некоторая часть мелкого активированного угля может пройти через фильтр. В таких случаях фильтрат снова пропускают

через тот же фильтр. Лучше пользоваться плотными фильтрами (синяя лента).

Если обесцвечивают растворы кислых веществ, активированный уголь нужно предварительно обработать разбавленной кислотой для нейтрализации содержащейся в нем щелочи, выпарить досуха и хорошо промыть водой.

Подведем итог сказанному о приготовлении растворов.

---

1. *Все водные растворы следует готовить только на дистиллированной воде.* При приготовлении водных растворов солей заданной концентрации нужно учитывать также кристаллизационную воду.

2. *Приготовляя точные растворы, нельзя наливать в мерную колбу сразу все нужное количество воды.*

3. Мерные колбы калиброваны на определенный объем лишь при температуре, указанной на колбе. Поэтому точный объем жидкости можно получить только при стандартной температуре.

4. Так как приготовить растворы точно заданной концентрации трудно, то прежде чем пользоваться раствором, надо установить его концентрацию или поправку на нормальность.

5. *Необходимо наклеивать этикетки* (или делать надпись специальным карандашом) *на сосудах с растворами.*

6. *Все растворы следует готовить только в хорошо вымытой посуде.* Надо заботиться о том, чтобы приготовленные растворы не загрязнялись каким-либо образом. *Нельзя путать пробки от посуды, содержащей растворы разных веществ.*

7. *Растворы, которые могут портиться от действия света, как марганцевокислый калий, азотнокислое серебро и др., нужно хранить только в темных склянках* Для некоторых веществ можно употреблять желтые склянки, для других же сосуды необходимо оклеивать черной бумагой, но не покрывать стекло черным лаком: лаковая пленка всегда немного пропускает свет. Если черной бумаги нет, бутыль или другой сосуд следует оклеить плотной бумагой и бумагу покрыть черным лаком.

8. *Растворы щелочей нужно хранить так, чтобы на них не действовала двуокись углерода.* Для этого в пробку вставляют хлоркальциевую трубку, наполненную натронной известью или другим твердым поглотителем двуокиси углерода.

9. Растворы щелочей следует готовить вначале очень концентрированными и разбавлять их до нужной концентрации только после отстаивания и фильтрования.

10. *Надо быть осторожным с растворами, которые могут вредно действовать на кожу рук, одежду или обувь.*

11. *Все растворы нужно проверять.* Точные растворы — путем установки титра, приблизительные — по плотности или иным путем.

12. *Растворы (за исключением точных, после приготовления следует обязательно профильтровывать.* Это относится одинаково и к водным растворам, и к растворам в органических жидкостях.

13. *При приготовлении растворов в органических жидкостях надо применять только чистые растворители и, когда нужно, — безводные.* Если растворитель чем-либо загрязнен, его следует перегнать или очистить от примесей каким-либо другим способом.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О получении свободной от карбоната щелочи см. Б р ж и л о в с к и й С. А., Зав. лаб., **24**, № 10, 1203 (1958).

Об автоматическом титраторе (ТАУ-2) см. Б л я х Г. И., Г о р е л к и н с к и й Ю. В., Г р и н м а н И. Г., С о к о л о в а А. Я., Щ у л я р Б. И., Зав. лаб., **25**, № 12, 1426 (1960).

О приборе для автоматического титрования см. П а с п а л е е в Е., М и р ч е в С., Изв. хим. ин-т.Ълг. АН, 7 (1960).

Об автоматическом приборе для турбидиметрического титрования растворов полимеров см. Г у з е е в В. В., М о р о з о в В. И., Ш т а р к м а н Б. П., Р ы л о в Е. Е., Высокомол. соед., **1**, № 12, 1840 (1959).

Об автоматической аппаратуре, для титрования с регистрацией процесса титрования см. W o l f S., Chemiefasern, **11**, № 3, 184 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 6Е85.

Об универсальной автоматической самопишущей установке для титрования см. A n t o n A., M u l l e n P. W., Talanta, 8, № 11, 817 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 9Е55.

Об автоматическом титраторе см. В е к с л е р М. А., авт. свид. СССР 139475, 15.07.61; РЖХим, **1962**, реф. 22Е86.

О титровальной полке с вакуумной установкой менисков на нуль см. Б о г д а ч е н к о А. Г., Т е р л е ц к и й А. А., Зав. лаб., 28, № 4, 510 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 2Д35.

О приборе для титрования темноокрашенных жидкостей см. A r e n a L., Eazegna chim., **13**, № 6, 21 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 24Е117.

О перистальтической ротационной бюретке см. C l a r k R. E., Analyst., 87, № 1031, 140 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 14Е73.

О микробюретке на основе медицинского шприца для титрования малых порций растворов, исключающей возможность контакта

титрованного раствора с воздухом, см. Wilson A. D., Sergeant G. A., Analyst, 87, № 1031, 152 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 14Е69.

Об автоматической микробюретке с фотоэлементом см. Алкин В. П., Уч. зап. Пермского ун-та, **19**, № 1, 17 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 17Е39.

О бюретке с постоянной скоростью вытекания жидкости см. Piel E. V., Analyst, 87, № 1034, 394 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 22Е54; Franke K., Chem. Techn., **16**, 746 (1964); РЖХим, **1965**, 14Д78.

Лабораторный высокочастотный автоматический титратор описали Мухин Г. А., Векслер М. А., Бояринов А. И., Зав. лаб., **29**, № 8, 1008 (1963); РЖХим, **1964**, 6Д65.

Простая бюретка поршневого типа описана Kosłowski G., Chem. Techn., **17**, 171 (1965); РЖХим, **1965**, 23Д80.

О функциях и применении поршневых бюреток см. Holzer H., Glas- und Instr. Techn., **10**, 263, № 4 (1966); РЖХим, **1967**, 1Д52.

О простой бюретке для потенциометрического титрования с регулируемой скоростью вытекания реагента см. Wise R. W., Guerry D., Analyt. Chem., **34**, № 6, 719 (1962); РЖХим, 1962, реф. 22Е50.

О титровании без бюретки и пипетки по методу счета капель см. Klei H., Math. und Naturwiss. Unterr., **17**, № 10, 470 (1965); РЖХим, **1965**, 20А44.

Об автоматизации процесса титрования см. Казаков А. В., Труды Московского ин-та хим. машиностр., **25**, 256 (1963); РЖХим, **1964**, 16Д48.

О термических свойствах, используемых для автоматического анализа, см. Cohn G., Ann. N. Y. Acad. Sci., **91**, № 4, 873 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 8Д44.

О конструкциях электромагнитного клапана для титровальной бюретки см. Stoke J., Lab. Pract., **10**, № 5, 302 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 4Е28.

Миниатюрная магнитная мешалка для использования в студенческих и аналитических контрольных лабораториях описана Smith A. H., Smith G. Fr., Talanta, **11**, № 9, 1380 (1964); РЖХим, **1965**, 6Д82.

О надежном стеклянном затворе для мешалки см. Sheldon R. P., Gilleney J., J. Sci. Instr., **39**, № 5, 240 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 22Е63.

О тефлоновом уплотнении для лабораторных мешалок см. Fagerlind L., Svensk. kem. tdskr., **72**, № 5, 397 (1960); РЖХим, **1961**, № 4, 155 (53), реф. 4Е58.

Об индикаторах см. Карякин Ю. В., Кислотно-основные индикаторы, Госхимиздат, 1951.

О рациональных приемах расчетов в аналитической химии см. Адамович Л. П., Рациональные приемы составления аналитических прописей, Изд. Харьковского гос. ун-та, 1966; ЖАХ, **20**, № 12, 1273 (1965).

Лазарев А. И., Харламов И. П., Лазарева В. И., Применение рациональных величин в количественном анализе, Изд. ВХО им. Д. И. Менделеева.

О функциях, имеющих значение для быстрого расчета кривых титрования, см. Бугаевский А. А., Комар Н. П., ЖАХ, **19**, № 1, 8 (1964); РЖХим, **1964**, 12Г14.

Глава 11

ФИЛЬТРОВАНИЕ

ОБЩИЕ ПОНЯТИЯ

В лабораторной практике очень часто приходится прибегать к операции механического разделения твердых и жидких компонентов какой-либо смеси. Эту операцию чаще всего осуществляют путем фильтрования.

Сущность фильтрования состоит в том, что жидкость с находящимися в ней частицами твердого вещества пропускают через пористую перегородку; имеющиеся в последней поры или отверстия настолько малы, что через них частицы твердого тела не проходят, жидкость же проходит легко. Эта перегородка, задерживающая твердые тела, называется фильтром. Способность задерживать твердые частицы различной крупности и производительность фильтра, т. е. количество жидкости, которое может быть отделено через фильтр в единицу времени, находятся в прямой зависимости от величины пор. При фильтровании на фильтре откладывается осадок, который как бы уменьшает величину пор и вместе с тем сам играет роль фильтра, создавая плотный слой. В лабораторной практике нередко бывают случаи, когда фильтрат (жидкость, прошедшая через фильтр) все еще остается мутным и просветляется лишь при повторном или неоднократном пропускании через один и тот же фильтр.

В частном случае к фильтрованию можно отнести процесс отжима, когда от твердого вещества, составляющего главную часть смеси, необходимо отделить жидкость (много твердой части — мало жидкой).

Одним из важнейших факторов, влияющих на фильтрование, является в я з к о с т ь: чем вязкость раствора или жидкости выше, тем труднее их фильтровать.

На вязкость жидкости большое влияние оказывает температура: чем ниже температура, тем выше вязкость. Это хорошо заметно на вязких минеральных маслах, которые при нагревании делаются легкотекучими и фильтруются достаточно хорошо.

Многие вещества при обычной температуре имеют настолько высокую вязкость, что фильтровать их невозможно; примером могут служить некоторые растворы желатина и агар-агара, при комнатной температуре образующие гели (студни). При нагревании эти студни расплавляются, делаются жидкими и более или менее легко фильтруются.

Таким образом, температура оказывает большое влияние на скорость фильтрования. Этим часто пользуются в лабораторной практике, и в описании многих методик можно найти указание, что «раствор должен фильтроваться горячим».

Другим важным фактором, влияющим на скорость фильтрования, является давление, под которым жидкость проходит через фильтр. Чем давление выше, тем быстрее фильтруется жидкость. Поэтому часто фильтруют под вакуумом или под давлением.

При обычном фильтровании жидкость проходит через фильтр под давлением только небольшого столба жидкости, находящегося над фильтром. В случае же фильтрования под вакуумом жидкость проходит через фильтр под давлением почти в 1 *атм*.

Однако повышение давления не во всех случаях ускоряет фильтрование. При фильтровании под давлением студнеобразных осадков вначале процесс идет хорошо, потом все больше и больше замедляется и, наконец, почти прекращается. Под действием повышенного давления осадок плотно прижимается к фильтру и поры последнего забиваются; продолжать фильтрование при этом бесполезно. В подобных случаях лучше фильтровать при обычном давлении, не смущаясь тем, что на это уйдет много времени.

Большое влияние на процесс фильтрования оказывает величина частиц твердого вещества, находящегося в жидкости. Если размер частиц превышает размер пор фильтра, фильтрование идет легко. Но по мере приближения размера частиц к размерам пор фильтра процесс фильтрования замедляется и может даже прекратиться

совсем. Когда размер частиц твердого тела меньше размера пор, отфильтровать взвесь не удается.

Частицы коллоидных размеров* совершенно невозможно отделить от жидкости обычным фильтрованием. В подобных случаях стремятся увеличить размер частиц, коагулировать их, что часто достигается путем кипячения. Многие коллоиды при высокой температуре образуют крупные хлопья, которые легко задерживаются фильтром. Иногда этого же эффекта можно добиться и на холоду, применяя какие-либо электролиты-коагуляторы, например многозарядные ионы тяжелых металлов. Так, однако, поступать можно только в том случае, когда вводимый электролит не будет мешать дальнейшей обработке фильтрата или осадка.

Для фильтрования коллоидных растворов применяют также ультрафильтры или ультратонкие фильтры (см. стр. 473).

При фильтровании иногда необходимо учитывать адсорбционные явления. Некоторые вещества (например, красители очень заметно адсорбируются фильтрами, особенно фильтровальной бумагой и целлюлозной массой.

Большие трудности встречаются при фильтровании белковых и слизистых веществ. Фильтры из обычной фильтровальной бумаги для них не пригодны. Если осадок для работы не нужен и если среда не щелочная, ускорить процесс фильтрования можно путем добавления мелкого кварцевого песка и тому подобных материалов, которые насыпают в жидкость, подлежащую фильтрованию. Перед фильтрованием жидкость следует хорошо взболтать и выливать на фильтр, все время встряхивая сосуд с фильтруемой жидкостью.

При фильтровании белков и слизей лучше всего применять слой целлюлозной массы. О приготовлении ее см. стр. 438.

Фильтровать можно не только водные или неводные растворы, но и расплавы. Многие вещества при нормальной температуре имеют твердую консистенцию (например, воск, парафин и пр.). Для очистки их от механических примесей пользуются фильтрованием расплавленных веществ, проводя эту операцию при соблюдении определенных условий. В подобных случаях существенное значение имеет выбор фильтрующего материала.

* Частицы, диаметр которых меньше 0,1 *мк* (1 *мк* = 0,001 *мм*), но больше, чем 1 *ммк* (1 *ммк* = 0,001 *мк*).

ФИЛЬТРУЮЩИЕ МАТЕРИАЛЫ

Фильтрующие материалы, применяемые в лабораторной практике, могут быть разделены на два класса: 1) сыпучие и 2) пористые. Кроме того, фильтрующие материалы разделяются на 1) неорганические и 2) органические.

К первому классу относится, например, кварцевый песок. Он может иметь различную величину зерен. От этого зависит как скорость фильтрования, так и достигаемый при этом эффект. Чем крупнее зерна песка, тем больше производительность фильтра и вместе с тем меньше его задерживающая способность; фильтр будет задерживать только более крупные частицы, мелкие же будут проходить через него, не задерживаясь.

Во многих случаях применяют пористые материалы неглазурованные фарфоровые фильтровальные тигли и фарфоровые пластинки, прессованное стекло, пластинки из прессованных окисей некоторых металлов, керамические фильтры и пр.).

Неорганические фильтрующие материалы особенно пригодны для жидких веществ и растворов, нагретых до температур, превышающих 100 °С.

Наибольшим распространением в лаборатории пользуются фильтровальная бумага, целлюлозная масса, асбест, волокнистые материалы (ткани), смешанные фильтры, прессованное стекло, обожженная глина, фарфор и пр.

Выбор фильтрующего материала зависит как от требований к чистоте раствора, так и от свойств его. Для фильтров нельзя применять такие материалы, на которые фильтруемая жидкость может сказать какое-либо действие. Так, щелочи, особенно концентрированные, нельзя фильтровать через фильтр из прессованного стекла и вообще материалов, содержащих двуокись кремния (кварцевый песок и др.), так как последняя будет растворяться в щелочи и загрязнять ее. Среди неорганических фильтрующих материалов имеются такие, которые пригодны для фильтрования очень агрессивных жидкостей даже

при высокой температуре, например фильтры из глинозема, из окиси циркония, из окиси тория и др.

Фильтровальная бумага отличается от обычной тем, что она не проклеена, более чиста по составу и волокниста. Последнее обстоятельство и обусловливает ее фильтрующую способность.

Фильтровальную бумагу часто продают в пачках по 100 штук, уже нарезанную кругами различного диаметра (5,5; 7; 9; 11; 12,5 и 15 *см*), соответственно размеру воронок.

Ниже указывается, какого диаметра следует брать готовые круглые фильтры в зависимости от диаметра воронки:

Верхний диаметр воронки, *мм*	35	45	55	70	80	100	150	200
Диаметр фильтра, *мм*	55	70	90	110	125	150	240	320

Различают бумажные фильтры обычные и беззольные. На каждой пачке указывается масса золы фильтра. Если после запятой стоит четыре нуля, такая фильтровальная бумага считается беззольной. Например, если на пачке помечено, что «масса золы одного фильтра = 0,00007 *г*», считают, что фильтр беззольный, так как при взвешивании на аналитических весах такая масса золы не скажется на результатах взвешивания. Если же на пачке будет указано, что «масса золы одного фильтра = 0,0003 *г*» — это будет обычная фильтровальная бумага. Готовые фильтры различают также по плотности фильтровальной бумаги. Это различие определяется по цвету бумажной ленты, которой оклеивают упаковку готовых фильтров. Приняты следующие условные обозначения:

р о з о в а я (или ч е р н а я) лента — быстрофильтрующие фильтры (диаметр пор ~10 *нм*);

б е л а я лента — бумага средней проницаемости (диаметр пор ~3 *нм*);

с и н я я лента — «баритовые», плотные фильтры (диаметр пор ~1—2,5 *нм*), предназначенные для фильтрования мелкозернистых осадков;

ж е л т а я лента — обезжиренные фильтры.

Сжигать фильтры вместе с осадком возможно только в том случае, если продукты горения бумаги и уголь не будут действовать на осадок. Например, нельзя сжигать фильтр вместе с осадком при определении галогенов (Cl и Br) в виде галоидного серебра, свинца — в виде $PbSO_4$

и т. д. В подобных случаях, а их очень много, применяют другие способы фильтрования.

Ассортимент фильтрующих материалов, пригодных и удобных для лабораторных работ, в последние годы пополнился рядом новых материалов. Из них важнейшими являются фильтры из стекловолокнистой бумаги и коротковолокнистого асбеста, которые называют «абсолютными фильтрами». Стекловолокнистую бумагу применяют для фильтрования радиоактивных и химически агрессивных веществ.

Особый интерес для фильтрования концентрированных кислот и щелочей представляют фильтры из поливинилхлорида, флексолитовые (политетрафторэтиленовые), политеновые (полиэтиленовые) и из некоторых других химически стойких пластиков. Все эти виды фильтров применяют, когда обычные фильтры непригодны из-за их чувствительности к концентрированным кислотам или щелочам и некоторым другим агрессивным жидкостям. При фильтровании органических жидкостей или растворов в них через органические фильтры следует учитывать, что эти материалы не всегда устойчивы по отношению к органическим растворителям и могут или растворяться в них или же набухать. Кроме того, их можно применять только в определенных границах температуры, обычно не выше 100 °С.

Фильтры из бумаги, употребляемые в лаборатории, бывают двух родов: простые и складчатые (плоеные).

Для изготовления п р о с т о г о ф и л ь т р а квадратный кусок фильтровальной бумаги определенного размера (в зависимости от величины осадка и размера воронки) складывают в четыре раза (рис. 359), затем ножницами обрезают так, как указано на рис. 359.

С к л а д ч а т ы й, или п л о е н ы й, фильтр (рис. 360) лучше простого в том отношении, что фильтрование с ним идет быстрее, так как фильтрующая поверхность плоеного фильтра вдвое больше, чем у простого фильтра.

Квадратный листок фильтровальной бумаги нужного размера складывают вначале пополам, а затем вчетверо и обрезают ножницами, как при приготовлении простого фильтра (*1*, *2* и *3*). Развертывают фильтр (*4*) и правую четверть его *б* сгибают пополам внутрь (*5*); отгибают верхнюю восьмушку (*6*) и снова складывают ее пополам внутрь

(7); наконец, полученную шестнадцатую долю фильтра снова складывают пополам наружу. После этого по размеру полученной дольки ($^1/_{32}$ фильтра) складывают гармошкой весь фильтр, развертывают его и вкладывают в воронку. Нужно стремиться, чтобы складки фильтра не

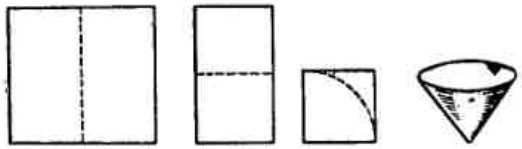


Рис. 359. Порядок складывания простого фильтра.

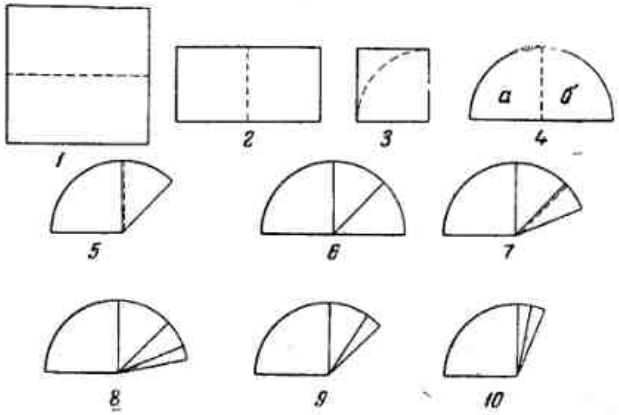


Рис. 360. Порядок складывания плоеного фильтра.

подходили вплотную к его центру; в противном случае фильтровальная бумага в центре фильтра обычно прорывается.

Края фильтра должны быть не рваными, а обрезанными. Полезно иметь металлические шаблоны, по которым вырезают фильтры.

Для того чтобы фильтр после фильтрования можно было легко раскрыть, у одного края его, у сгиба, отрывают маленький кусочек бумаги.

В целях уменьшения расхода фильтровальной бумаги можно рекомендовать следующий способ приготовления простых фильтров (рис. 361).

Берут половину того куска бумаги, который нужен для обычного фильтра. Этот кусок складывают вдвое и одну сторону дважды загибают. Затем фильтр обрезают, как обычно, и употребляют для фильтрования.

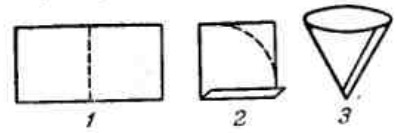


Рис. 361. Порядок складывания экономичного фильтра.

СПОСОБЫ ФИЛЬТРОВАНИЯ

Фильтрование можно проводить различными способами. Выбор способов фильтрования зависит, как уже упоминалось, от характера подлежащих фильтрованию жидкостей и свойств осадка, который нужно отделить от жидкости.

Фильтрование при обычном давлении

Этот способ фильтрования является наиболее простым и применяется очень часто. Для фильтрования по этому способу не требуется сложных приспособлений.

Вначале остановимся на фильтровании холодных растворов, так как с ними приходится работать чаще и больше всего.

Необходимой принадлежностью при фильтровании является воронка. Воронку укрепляют в кольце, присоединенном к обыкновенному или специальному штативу (рис. 362); в нее кладут фильтр из фильтровальной бумаги, который перед тем как наливать фильтруемый раствор, слегка смачивают чистым растворителем. Фильтр следует укладывать в воронку таким образом, чтобы край его не доходил до края воронки на 3—5 *мм* (рис. 363).

Условием быстрого фильтрования является наличие жидкости в трубке воронки. Для этого при смачивании наливают в воронку растворитель выше края фильтра, а затем указательным пальцем захватывают фильтр, приподнимают его немного и быстро опускают, при этом в трубке почти всегда образуется столб жидкости. Весьма часто для ускорения фильтрования удлиняют стеклянную труб-

ку воронки, что может быть сделано при помощи резиновой трубки.

Для того чтобы трубка быстро наполнялась жидкостью, внутренний диаметр ее не должен превышать 3 *мм*. Образовавшийся столбик жидкости, спускаясь, действует как насос и тем ускоряет фильтрование. Наполнение трубки жидкостью облегчается, если трубка воронки имеет петлю (рис. 364). Такой удлиненный конец с петлей может

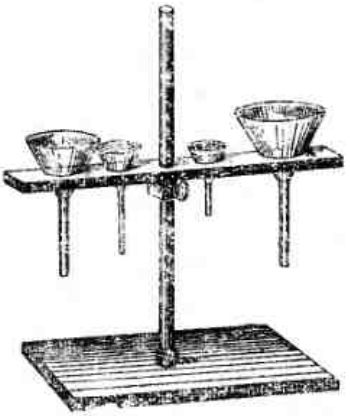


Рис. 362. Деревянный штатив для воронок.

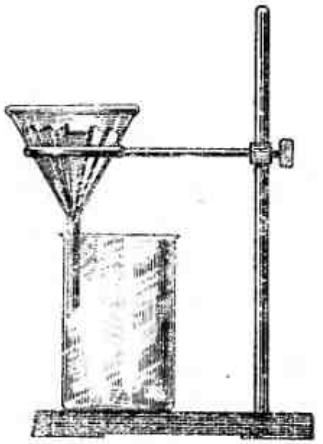


Рис. 363. Фильтрование через стеклянную воронку с плоеным фильтром.

быть приспособлен и к воронке с коротким концом при помощи резиновой трубки, снабженной зажимом.

Если осадок нужно растворить на фильтре, то зажимом регулируют скорость вытекания фильтрата. Когда приходится сушить осадок вместе с фильтром в воронке, то резиновую трубку следует снять.

Если между фильтровальной бумагой и стенкой воронки образуется прослойка воздуха (воздушный карман), фильтрование будет затруднено. Для удаления воздушного кармана внутри воронки создают небольшое давление. Воронку накрывают смоченным по краям куском фильтровальной бумаги и перевернутой воронкой такого же диаметра, как и первая, через трубку верхней воронки вдувают воздух или ртом или при помощи резиновой груши. Иногда воронку закрывают ладонью и делают при-

жимающее движение, чем создают небольшое давление, обычно достаточное для того, чтобы устранить воздушный карман.

При аналитических работах, когда приходится отделять какой-нибудь осадок, бумажные фильтры делают небольшими, сообразуясь с количеством осадка, но не с количеством фильтруемой жидкости.

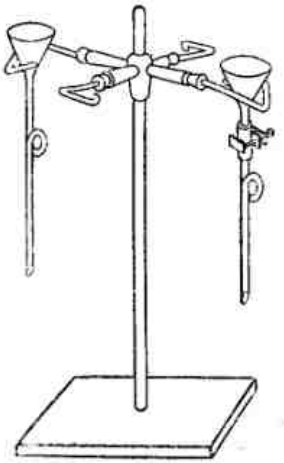


Рис. 364. Аналитические воронки для фильтрования.



Рис. 365. Крепление стеклянной палочки на стакане (для сливания жидкости).

Необходимо помнить, что основная масса осадка должна заполнять фильтр не больше чем на $^1/_3$ его высоты; только сравнительно тонкий слой осадка может подниматься по стенкам фильтра, но во всяком случае он должен находиться от его верха не меньше чем на 5 *мм*. При таком заполнении в фильтре остается достаточное пространство для воды, вводимой при промывке осадка.

При фильтровании прежде всего необходимо дать отстояться осадку в том сосуде, в котором он получен. После этого осторожно, не взмучивая осадок, сливают на фильтр отстоявшуюся жидкость. Удобнее всего это проводить при помощи стеклянной палочки.

Палочку прикладывают к стакану, в котором находится жидкость с осадком, длина свободного конца палочки должна быть не больше 6—7 *см*. Жидкости дают сте-

кать по палочке, направляя поток ее не в середину фильтра, а немного в сторону, на стенку его, так, чтобы она попадала на ту часть фильтра, где находится тройной слой бумаги.

Удобно стеклянную палочку прикрепить к стакану так, как показано на рис. 365. Можно заранее заготовить себе ряд таких палочек, подобранных к стаканам, с которыми чаще всего приходится работать. Палочку прикрепляют резинкой, прочной ниткой или тонкой проволокой, например звонковой.

Когда основная масса жидкости будет пропущена через фильтр, осадок несколько раз промывают с применением декантации и затем переносят на фильтр.

На полноту перенесения осадка на фильтр нужно обратить самое серьезное внимание, так как большинство потерь при анализе объясняется неполным перенесением.

Для проведения аналитических работ нередко на фильтр для уменьшения его пор помещают мацерированную бумажную массу. Ее применяют при отфильтровывании мелких осадков, таких, как $BaSO_4$, а также во многих других случаях (при определении кремневой кислоты, полуторных окислов и пр.).

Для изготовления мацерированной бумажной массы беззольные фильтры нарезают на мелкие кусочки, помещают их в коническую колбу и заливают 0,5 н. раствором соляной кислоты. Массу нагревают до кипения и прибавляют немного дистиллированной или деминерализованной воды и снова кипятят при постоянном помешивании стеклянной палочкой до тех пор, пока вся бумага не превратится в однородную волокнистую массу. Эту массу разбавляют водой и отмывают от кислоты, используя воронку Бюхнера, до тех пор, пока промывные воды не будут показывать нейтральную реакцию. Пробу проводят с помощью лакмусовой бумаги или, взяв пипеткой 10 *мл* промывной воды, к ней прибавляют одну каплю фенолфталеина и одну-две капли 0,02 н. раствора NaOH. Если появится розовая окраска, это будет означать, что кислота отмыта полностью. Если же розовой окраски не будет, массу еще промывают.

Отфильтрованную и хорошо промытую массу переносят в колбу или склянку и разбавляют водой так, чтобы получилась однородная белая суспензия. Перед применением суспензию взбалтывают и отбирают необходимое количество ее. Мацерированная бумажная масса может храниться довольно долго.

Фильтрование под вакуумом

В тех случаях, когда фильтрование нужно провести быстро и если в обычных условиях оно вызывает затруднения, пользуются фильтрованием под вакуумом. Сущность его заключается в том, что в приемнике создают уменьшенное давление, вследствие чего жидкость фильтруется под давлением атмосферного воздуха. Чем больше разность между атмосферным давлением и давлением в приемнике, тем быстрее идет фильтрование истинных растворов кристаллических веществ. Коллоиды фильтруют под вакуумом при соблюдении особых условий.

Для фильтрования под вакуумом собирают установку, состоящую из фарфоровой воронки Бюхнера, колбы Бунзена, предохранительной склянки или предохранительного приспособления, помещаемых между колбой Бунзена и вакуум-насосом.

Бюхнеровскую воронку подготавливают, как указано на стр. 135. Смочив фильтровальную бумагу на воронке водой, открывают водоструйный насос и проверяют, хорошо ли прилажен фильтр. В случае хорошо положенных фильтров слышится спокойный шумящий звук; если же фильтры положены неплотно и происходит подсос воздуха, слышится свистящий звук. Различить эти два звука даже при небольшом навыке очень легко. Края неплотно положенного фильтра прижимают пальцем к сетчатой перегородке до тех пор, пока свистящий звук не сменится спокойным шумом.

После этого, не выключая насоса, в воронку (до половины ее высоты) наливают жидкость, подлежащую фильтрованию. В колбе Бунзена создается разрежение, и жидкость из воронки (под влиянием атмосферного давления) протекает в колбу. Новые порции жидкости добавляют в воронку периодически. Если осадок рыхлый, его уплотняют какой-либо плоской стеклянной пробкой. Отсасывание продолжают до тех пор, пока с конца воронки не перестанет капать жидкость; тогда выключают насос, воронку вынимают, а находящееся в ней вещество вытряхивают на лист фильтровальной бумаги вместе с фильтром и подсушивают. Фильтр отделяют от еще влажного осадка.

При работе с колбой Бунзена водоструйный или масляный насос можно периодически выключать, не нарушая скорости фильтрования. Для этого между колбой Бунзена и предохранительной склянкой Вульфа включают тройник, на боковой отросток которого надевают резиновую трубку с винтовым зажимом; такой же зажим находится на резиновой трубке, соединяющей тройник с колбой Бунзена. В начале работы зажим на боковой трубке тройника полностью закрывают. Когда в колбе будет

достигнуто нужное разрежение, закрывают полностью зажим между колбой и тройником; после открывают зажим на боковой трубке тройника и выключают насос.

Если пробка к колбе Бунзена хорошо подобрана, то вакуум может сохраняться достаточно долго. Время от времени, в зависимости от скорости фильтрования, колбу нужно снова соединять с насосом.

Вместо тройника можно применить трехходовой кран или колбу Бунзена соединить с насосом резиновой трубкой длиной не менее 15—20 *см*. Когда нужное разрежение будет достигнуто, резиновую трубку плотно зажимают пальцами, снимают с насоса и закрывают отверстие ее стеклянной палочкой. Периодически колбу соединяют с насосом для создания в ней вакуума.

Указанный прием особенно рекомендуется при работе с медленно фильтрующимися жидкостями, так как при этом не нужно наблюдать за насосами, в лаборатории меньше шума от их работы и, кроме того, достигается экономия воды или электроэнергии.

Для защиты осадка от загрязнений и влияния воздуха бюхнеровскую воронку закрывают куском резиновой пластины (например, от медицинских перчаток) или полиэтиленовой пленки (или другой подобной по эластичности). Края пластины прикрепляют к воронке при помощи резиновой или изоляционной ленты (рис. 366).

При фильтровании очень удобно пользоваться вакуум-насосом системы Комовского. Это небольшой прибор, имеющий ручной привод и дающий очень хорошее разрежение; его присоединяют к колбе Бунзена и делают несколько поворотов маховичка. Во время фильтрования маховичок периодически вращают.

Насос Комовского относится к масляным вакуум-насосам; обращение с ним такое же, как и с другими масляными вакуум-насосами (см. гл. 12 «Дистилляция»).

При фильтровании под вакуумом нужно следить, чтобы фильтрат не слишком заполнял колбу и не поднимался до уровня отростка, соединенного с насосом. Иначе фильтрат будет втягиваться в насос и нарушится правильный ход работы. Поэтому, по мере накопления фильтрата, колбу отъединяют от насоса*, удаляют из нее фильтрат и снова присоединяют.

* Прежде чем остановить водоструйный насос, его следует осторожно отъединить от колбы, иначе из насоса затянется вода.

Очень удобно в работе приспособление для фильтрования под вакуумом (рис. 367). Фильтром в нем является трубка *1* или пробирка из обожженной белой глины (шамотной, но не глазурованной) или же трубка, свернутая из металлической сетки и обвернутая сверху фильтрующим материалом. Нижний конец как шамотной, так и сетчатой трубки может быть закрыт пробкой. Трубка *2*, соединяющая колбу Бунзена с фильтром *1*, одним своим концом должна доходить почти до дна его.

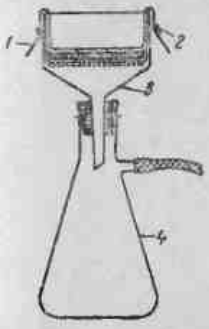


Рис. 366. Резиновый предохранитель для фильтрования с отсасыванием:

1 — резиновая пластинка; *2* — резиновая лента (или изоляционная); *3* — воронка; *4* — колба.

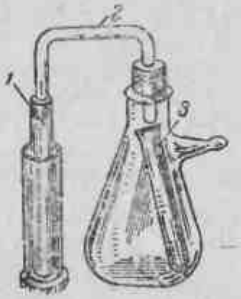


Рис. 367. Приспособление для фильтрования под вакуумом:

1 — фильтр; *2* — трубка; *3* — пробирка.



Рис. 368. Фарфоровый конус для фильтрования.

С этим прибором работают, когда нужен один фильтрат и не заботятся об осадке. Особенно хорошо его применять для фильтрования небольших количеств жидкости. В этом случае фильтрат можно собирать в пробирку *3*, помещенную в колбу Бунзена.

Когда приходится фильтровать много жидкости, трубка *2* должна быть опущена в колбу *3* ниже уровня отростка, соединенного с вакуум-насосом.

Осадок с фильтра можно или счищать лопаточкой или же, соединив колбу с водоструйным нагнетательным насосом, отделять осадок от фильтра воздухом.

В тех случаях, когда фильтрование через обычную фильтровальную бумагу идет медленно (например, филь-

трование белковых растворов), рекомендуется применять целлюлозную массу (бумажную массу).

Для приготовления целлюлозной массы белую фильтровальную бумагу нарезают или разрывают на небольшие кусочки; кладут их в стеклянный или фарфоровый стакан, куда наливают такое количество воды, чтобы набухшую бумагу можно было без особого труда перемешивать стеклянной палочкой. Стакан с размокшей бумагой нагревают до кипения при постоянном перемешивании, пока вся фильтровальная бумага не разварится в однородную массу. После этого целлюлозную массу вливают в бюхнеровскую воронку, причем вначале вакуум не создают и целлюлозную массу распределяют равномерно по всей воронке. Затем возможно полно отсасывают воду из массы.

Если на дно бюхнеровской воронки не положить кусочек марли или другой редкой ткани, часть целлюлозных волокон может пройти в первую порцию фильтрата. Этот фильтрат снова выливают в воронку и добиваются того, чтобы в колбу начал поступать чистый фильтрат. Полученный таким образом слой из целлюлозной массы толщиной до 10 *мм* может долгое время служить для фильтрования.

Когда скорость фильтрования через целлюлозную массу замедлится вследствие забивания отфильтрованными осадками, массу можно регенерировать путем повторного кипячения с большим количеством воды, сменяемой три-четыре раза. Промытую целлюлозную массу снова откидывают на бюхнеровскую воронку и готовят фильтрующий слой.

При фильтровании тяжелых осадков бумажный фильтр может прорваться; для предотвращения этого применяют так называемые конусы для фильтрования. Они бывают фарфоровые (рис. 368) и платиновые. Конус вставляют в воронку и уже в него кладут фильтр. Фильтрование ведут, как обычно.

Но если в лаборатории этих приспособлений нет, укрепить основание фильтра можно при помощи тонкой ткани, например муслина. Для этого из взятой ткани вырезают круг, делают из него конус, в который вставляют бумажный фильтр. Или же кладут концентрически на круг из материала бумажный фильтр и складывают их вместе.

В некоторых случаях осадок после фильтрования высушивают. Для этого помещают его на фильтре вместе с воронкой в сушильный шкаф, рядом же ставят открытый бюкс. После того как осадок высохнет, фильтр берут пинцетом или щипцами и быстро перекладывают в бюкс. Последний для охлаждения ставят открытым в эксикатор с хлористым кальцием. Приблизительно через час бюкс закрывают и оставляют его около весов минут на 30, после чего взвешивают.

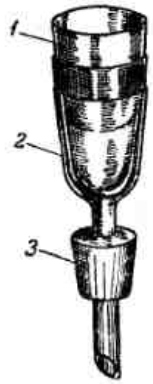


Рис. 369. Монтаж тигля Гуча:
1 — тигель Гуча; *2* — воронка; *3* — пробка.



Рис. 370. Стеклянный фильтр с вплавленной фильтрующей пластинкой из пористого стекла.

Значительно удобнее применять так называемый тигель Гуча (рис. 369), имеющий сетчатое дно. Тигель Гуча вставляют при помощи пробки в колбу Бунзена. В тигель помещают асбестовый фильтр, взвешивают его вместе с последним после высушивания, отфильтровывают через него осадок, промывают, сушат и снова взвешивают.

Для приготовления такого асбестового фильтра длинные и короткие волокна асбеста отдельно прокаливают в фарфоровом тигле и по охлаждении нагревают с концентрированной соляной кислотой в закрытой фарфоровой чашке на водяной бане в течение 1 *ч*; после этого сливают соляную кислоту, асбест переносят в воронку, снабженную платиновым конусом, и до тех пор промывают горячей водой (применяя насос), пока кислота не будет вполне удалена (фильтрат не должен давать опалесцен-

ции с азотнокислым серебром). Очищенный таким образом асбест сохраняется в склянке с притертой пробкой. На дно тигля кладут слой в 1—2 *мм* длинноволокнистого асбеста, слегка придавливают его стеклянной палочкой и затем, перемешав в стакане коротковолокнистый асбест с водой, выливают мутную жидкость в тигель, создавая при этом небольшое разрежение в колбе Бунзена насосом. После того как образуется слой из коротких асбестовых волокон приблизительно в 1 *мм*, поверх асбеста кладут фарфоровую сетчатую пластинку, придавливают ее слегка стеклянной палочкой и снова льют в тигель взмученный в воде асбест так, чтобы последний покрыл пластинку. После этого промывают водой до тех пор, пока промывные воды не станут совершенно прозрачными. Затем, высушив тигель при нужной температуре, его взвешивают и тогда он готов для фильтрования.

Один и тот же фильтр может служить для бесчисленного множества определений. При значительном накоплении в тигле осадка удаляют верхний слой его, не разрушая асбестового фильтра, и продолжают дальше пользоваться тиглем.

Когда осадок перенесен в тигель Гуча, дожидаются пока жидкость не заполнит поры фильтрующего слоя и только после этого начинают медленное отсасывание. При этом условии осадок остается рыхлым и может быть лучше промыт. В тот момент, когда прибавляют промывную жидкость, отсасывание прекращают, для того чтобы жидкость проникла во все слои осадка.

Хотя фильтрование через тигель Гуча во многих случаях удобнее фильтрования через бумажный фильтр, однако его не всегда можно применять. Осадки, которые подлежат отделению на тигле Гуча, должны быть кристаллическими или порошкообразными. Тигли Гуча совершенно непригодны для фильтрования студенистых и коллоидных осадков, например ZnS, $Al(OH)_3$ и пр., при обычных условиях.

Вместо тиглей Гуча в лабораториях часто применяют стеклянные тигли с вплавленной фильтрующей пластинкой из прессованного (пористого) стекла (нутч-фильтры). Они удобнее тем, что при работе с ними не приходится пользоваться асбестом, так как фильтруют через спрессованное толченое стекло, впаянное прямо в стенке тигля (рис. 370) или воронки.

Преимуществом таких воронок является то, что через них можно фильтровать концентрированные кислоты и разбавленные щелочи. Они устойчивы к влажным и корродирующим газам.

Фильтрующие пластинки из пористого стекла различают по пористости и диаметру пор (табл. 14). Новые фильтры, перед употреблением следует промыть с отсасыванием горячей соляной кислотой, а в заключение тщательно вымыть водой. При такой обработке удаляются все примеси и частички пыли, которые могут содержаться в порах.

Таблица 14

Фильтрующие пластинки из пористого стекла

Пористость	Диаметр пор *мк*	Важнейшие области применения
00	200—500	Для специальных областей применения
0	150—200	Для фильтрования очень грубых осадков.
1	90—150	Для фильтрования грубых или желатинозных осадков; грубого фильтрования газов; при экстрагировании грубозернистых материалов, как подложка для других фильтрующих материалов
2	40—90	Для препаративных работ со средними по величине и кристаллическими осадками; негрубого фильтрования газов
3	20—40	Для препаративных работ с тонкими осадками; аналитических работ со средними осадками; для тонкого фильтрования газов; тонкого разделения газов в жидкостях; для фильтрования ртути; при экстрагировании мелкозернистых материалов
4	10—20	Для препаративных работ с очень тонкими осадками; аналитических работ с очень тонкими осадками
5	4—6	Для препаративных и аналитических работ с очень тонкими осадками

Пластинки из прессованного стекла особенно удобны для фильтрования под вакуумом и для пропускания газа с относительно низким давлением.

Нужно помнить, что приборы с вплавленными в них пластинками из прессованного стекла обладают меньшей термостойкостью, чем другая лабораторная посуда. По-

этому такие приборы не должны подвергаться внезапным резким изменениям температуры и их нельзя подвергать прямому обогреву открытым пламенем газовой горелки. Для достижения постоянной массы приборы для фильтрования с пластинкой из пористого стекла рекомендуется помещать в сушильный шкаф при комнатной температуре и постепенно нагревать до 150 °С, хотя обычно высушивание до постоянной массы проводят при 110 °С. Вполне допустимо медленное нагревание до 500°С и также очень медленное охлаждение. Быстрое нагревание до 500 °С может привести к поломке прибора.

Очистка фильтра. Фильтры из пористого стекла всегда должны быть чистыми и готовыми к употреблению. Поэтому все такие изделия после употребления нужно тотчас же очистить. Фильтры можно промыть водой под вакуумом, пропуская воду в направлении, обратном фильтрованию. Если же поры фильтра забиты и не отмываются водой, очистку проводят при помощи соответствующих химических веществ, растворяющих или разрушающих загрязнения:

Загрязнение	Растворитель
Окислы меди и железа	— горячая соляная кислота с добавкой KCl
Хлористое серебро	— растворы аммиака или тиосульфата натрия
Сульфат бария	— горячая концентрированная H_2SO_4
Сульфид ртути	— горячая царская водка
Остатки после фильтрования ртути	— горячая концентрированная HNO_3
Остатки, содержащие кремнезем и окись алюминия	— 2%-ная фтористоводородная кислота, после нее концентрированная H_2SO_4, затем дистиллированная вода и, наконец, ацетон. Промывают до тех пор, пока обнаруживают следы кислоты
Жиры	— четыреххлористый углерод
Белки, вискоза, глюкоза	— горячий раствор аммиака, 5—10%-ный раствор NaOH. Смесь горячей и концентрированной серной и азотной кислот
Другие органические вещества	— хромовая смесь или лучше горячая H_2SO_4 с добавкой $NaNO_3$, KNO_3 или HNO_3.

Нельзя применять как средства для очистки холодную концентрированную фтористоводородную, горячую и концентрированную фосфорную кислоты, а также некоторые

горячие и концентрированные щелочные растворы, так как они вызывают быстрое разрушение фильтрующих пластин. Если указанные вещества приходится отфильтровывать через стеклянную пластинку, это неизбежно приводит к увеличению пор.

Фильтрующие пластинки имеют минимальный диаметр 25 *мм*.



Рис. 371. Фарфоровая трубка с фильтром.

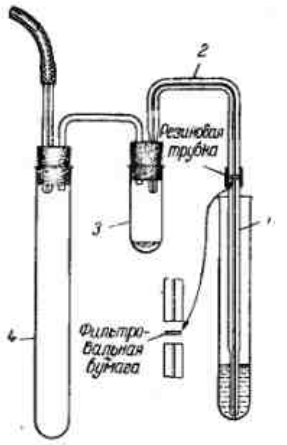


Рис. 372. Снаряжение фильтровальной трубки с фильтром:
1 — фильтровальная трубка; *2* — соединительная капиллярная трубка; *3* — приемник; *4* — предохранительная пробирка.

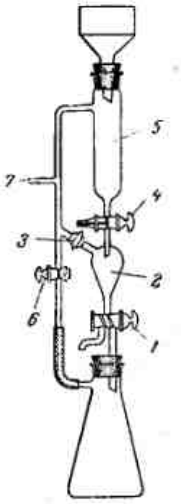


Рис. 373. Аппарат для фильтрования с приспособлением для отбирания проб:
1, 3, 4, 6 — краны; *2* — сборник; *5* — приемник; *7* — отвод.

Делают также и газопромыватели с пластинками из пористого стекла.

К фильтрующим приспособлениям относятся и так называемые трубки для фильтрования (рис. 371). У них фильтрующей поверхностью является впаянная пластинка из пористого стекла, пористого фарфора или другого фильтрующего материала. Такие трубки для фильтрования применяют чаще всего при микрохимических и полумикрохимических работах. Работа с ней и снаряжение ее показано на рис. 372.

В тех случаях, когда по характеру работы необходимо отбирать для исследования пробы фильтрата) например, при промывании осадков), применяют прибор, изображенный на рис. 373.

Этот прибор дает возможность отбирать пробы фильтрата, не нарушая процесса фильтрования и не изменяя давления. При нормальной работе все краны прибора открыты и фильтрат стекает в склянку Бунзена, Через отвод *7* прибор присоединен к вакуум-насосу. Для отбора пробы фильтрата закрывают кран *1*, позволяя накопиться нужному количеству фильтрата в сборнике *2*, и закрывают кран *3*. Поворачивают кран *4* так, чтобы в сборнике *2* создалось атмосферное давление, и, открывая кран *1*, отбирают пробу фильтрата. Затем переключают кран *1*, поворачивают кран *4* на соединение с приемником *5* и медленно открывают кран *3*. Жидкость, собравшаяся в приемнике *5*, может быть перепущена в сборник *2* и удалена или же спущена в колбу Бунзена. Колба может быть отделена в любое время, после того как будут закрыты краны *1* и *6*.

Во многих случаях хороших результатов можно добиться, применяя фарфоровые фильтры; они по форме похожи на тигли Гуча и отличаются от них тем, что вместо сетчатого дна имеют дно из неглазурованного фарфора.

Такого рода фильтры из кизельгура бывают настолько плотными, что через них не проходят бактерии, и при помощи их можно даже стерилизовать жидкости.

В тех случаях, когда осадок необходимо прокалить в струе газа, удобно применять воронки Аллина (рис. 374).

В нижнюю часть широкого конца трубки кладут слой длинноволокнистого асбеста, поверх которого, так же как и при работе с тиглем Гуча, наносят слой коротковолокнистого асбеста. Нижний узкий конец воронки Аллина вставляют в резиновую пробку и укрепляют ее в колбе Бунзена.

Современные воронки Аллина делают с вплавленной пластинкой из пористого стекла. Такие воронки очень удобны в обращении и не требуют такой подготовки, какая нужна в случае использования асбеста.

При некоторых работах, например при весовом определении сахара, более удобны так называемые трубки Сокслета (рис. 375). Трубка Сокслета отличается от воронки Аллина тем, что имеет в узкой части небольшое

расширение. В нижнюю часть трубки Сокслета помещают небольшой кусочек платиновой сетки или перфорированной (с отверстиями) возможно тонкой платиновой пластинки. На эту сетку или пластинку помещают асбестовый фильтр.

Асбестовый фильтр предварительно промывают водой, затем 10 *мл* 96%-ного этилового спирта и после этого



Рис. 374. Воронка Аллина.

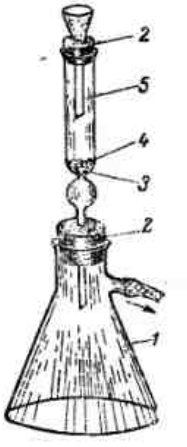


Рис. 375. Прибор для фильтрования с трубкой Сокслета:
1 — колба Бунзена; *2* — резиновые пробки; *3* — платиновая сетка; *4* — слой асбеста; *5* — трубка Сокслета.

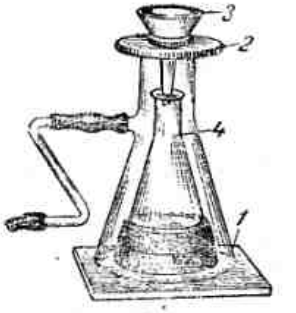


Рис. 376. Приспособление для фильтрования малых количеств растворов:
1—стеклянная пластинка; *2*—резиновое кольцо; *3*—воронка; *4*—приемник.

10 *мл* чистого диэтилового эфира. Промытый таким образом фильтр сушат при 100 °С в течение 30 *мин*, охлаждают в эксикаторе и, наконец, взвешивают.

Фильтрование под вакуумом иногда можно заменить сифонированием, при котором вакуум-насос не требуется. В данном случае роль вакуума играет сифон, и чем больше разность уровней, тем быстрее идет фильтрование. Наоборот, при уменьшении разности уровней скорость фильтрования замедляется.

Для фильтрования при сифонировании удобно пользоваться трубками для фильтрования с вплавленной

пластинкой из пористого стекла или стеклянными трубками, на конец которых укрепляют патрон из фильтрующего материала (фильтровальной бумаги, полотна и т. п.). Такую трубку присоединяют при помощи резиновой трубки к тому концу сифона, который будет помещен в жидкость, подлежащую фильтрованию. Трубку можно опускать до самого дна. Постоянного наблюдения за фильтрованием при пользовании сифоном (см. стр. 64) не требуется.

Удобством такого способа фильтрования является также то, что, пользуясь сифонными трубками малого диаметра (1—2 *мм*), можно работать даже с небольшими объемами жидкостей. Когда приходится работать с малыми объемами, обычные способы фильтрования встречают затруднения и имеется опасность потерять если не весь фильтрат, то значительную часть его в результате впитывания в фильтрующий материал. Если же конец сифона, погружаемый в жидкость, снабдить подходящей фильтровальной палочкой или другим приспособлением, вроде описанного выше патрона, потеря фильтрата может быть доведена до минимума.

Для быстрого фильтрования малых количеств растворов при многих работах, особенно полумикрохимических, рекомендуется устройство, показанное на рис. 376. Для его изготовления можно использовать колбу Бунзена, у которой отрезают дно. Колбу устанавливают на толстую стеклянную пластинку *1* и притирают к ней. На горло колбы помещают резиновое кольцо *2*, имеющее в центре отверстие для укрепления обычной воронки *3*. Внутри колбу оборудуют так, как показано на рис. 376.

Вместо колбы Бунзена можно использовать широкогорлую склянку без дна, также предварительно притерев отрезанную часть к стеклянной пластинке. Горло склянки можно закрыть пробкой с двумя отверстиями: в одно вставляют фильтровальную воронку, а в другое трубку, через которую склянку присоединяют к закуум-насосу.

При работе с небольшими объемами для фильтрования можно использовать прибор с фильтровальной трубкой, показанный на рис. 377. В расширенную коническую часть фильтровальной трубочки помещают бумажную или мацерированную бумажную массу, которая служит фильтрующим слоем. Фильтровальную трубочку присоединяют к вакуум-насосу через предохранительную склянку, пускают в ход насос и опускают трубку в колбу или в стакан, где находится раствор с осадком, подлежащим отфильтровыванию.

Этот прибор дает возможность проводить и промывание осадка. После того как будет отсосан раствор, в посуду наливают промывную жидкость или дистиллированную воду и продолжают отсасывание. Так можно промыть осадок много раз и быстро.

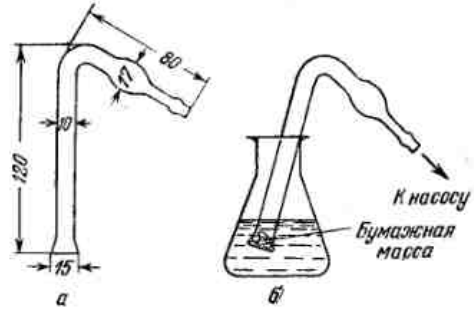


Рис. 377. Прибор для фильтрования с фильтровальной трубкой.

Фильтрование под вакуумом осадков, окисляющихся кислородом воздуха, например большинства сульфидов, безусловно, недопустимо. Это объясняется тем, что при просасывании воздуха сульфиды, имеющие развитую поверхность, будут легко окисляться. Нельзя также фильтровать под вакуумом коллоидные и аморфные осадки: гидроокиси железа, алюминия и пр. Такие осадки быстро забивают поры фильтрующей поверхности, и фильтрование практически прекращается.

Фильтрование при нагревании

В тех случаях, когда жидкости или растворы имеют большую вязкость, фильтрование их проводят при нагревании.

Концентрация ряда веществ в горячих растворах значительно превышает концентрацию этих же веществ в охлажденных растворах (это свойство используют при перекристаллизации); растворы таких веществ фильтруют также при нагревании. Фильтрование при нагревании

можно проводить как при нормальном давлении, так и под вакуумом и под повышенным давлением.

В простейшем случае фильтрования с нагреванием при обычном атмосферном давлении применяют воронки для горячего фильтрования (рис. 378). Они представляют собой двухстенную медную воронку, снабженную боковым отростком. Воронка укреплена на ножках или на высокой треноге. Между стенками воронки наливают воду через отверстие, имеющееся в верхней части воронки.

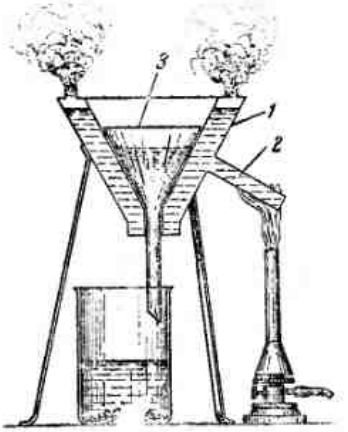


Рис. 378. Воронка для горячего фильтрования:
1 — медная воронка; *2* — боковой отросток для обогревания; *3* — стеклянная воронка.

При работе в воронку для горячего фильтрования вставляют стеклянную воронку со складчатым бумажным фильтром и затем горелкой нагревают боковой отросток до тех пор, пока вода не закипит или пока не нагреется до нужной температуры. Тогда уменьшают пламя горелки так, чтобы только поддерживать нужную температуру, и приступают к фильтрованию, которое проводят, как обычно.

Если приходится отфильтровывать легко воспламеняющиеся жидкости, как диэтиловый эфир, ацетон, бензол и т. п., то горелку следует погасить*.

* Пламя горелки защищают от соприкосновения с парами жидкости колпаком из металлической сетки мелких номеров, который надевают на боковой отросток воронки.

Значительно удобнее применять воронки для горячего фильтрования с электрообогревом. Они особенно удобны для фильтрования растворов в огнеопасных органических растворителях.

Применяют также воронки для горячего фильтрования, у которых нагревательный элемент вмонтирован в отросток (рис. 379). Такую воронку можно сделать из обычной воронки для горячего фильтрования, обогреваемой газом. Воронки с вмонтированным обогревом очень

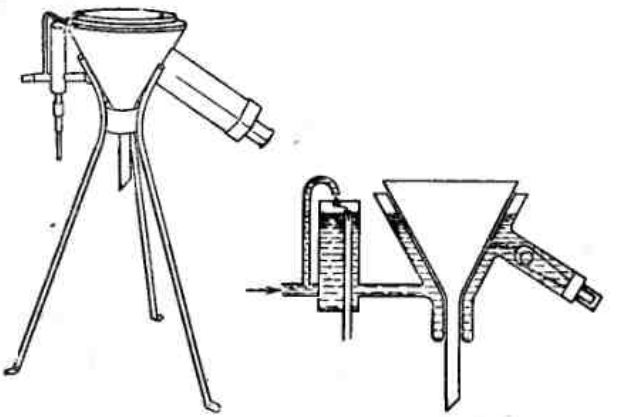


Рис. 379. Воронка для горячего фильтрования с вмонтированным электрическим нагревательным элементом.

удобны для фильтрования, особенно огнеопасных веществ.

Вместо воронки для горячего фильтрования можно воспользоваться приспособлением, приведенным на рис. 380. Горло сосуда *4* плотно закрывают пробкой *3* (лучше всего резиновой) с тремя отверстиями: одно для трубки воронки *5*, а другие — для трубок *2* и *7*. Сверху прибор закрывают крышкой *6*, в которой сделано отверстие для воронки *5*.

Колбу *1* оборудуют так, как показано на рис. 300. Воду наливают приблизительно до половины колбы *1* и нагревают до кипения. По трубке *7* пары воды поступают в сосуд *4*, а конденсирующаяся вода стекает обратно по трубке *2*.

Для добавления воды в колбу *1* прибор разнимать не нужно, так как достаточно приподнять крышку *6* и налить воду в сосуд *4*. Вода по трубке *2* стечет в колбу.

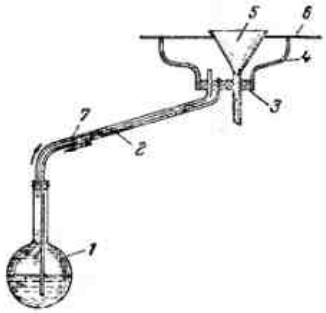


Рис. 380. Приспособление для горячего фильтрования:
1 — колба; *2*, *7* — трубки; *3* — пробка; *4* — сосуд; *5* — воронка; *6* — металлическая крышка.

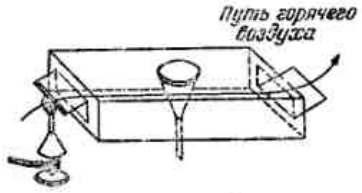


Рис. 381. Приспособление для горячего фильтрования (обогревание горячим воздухом).

Этот прибор работает достаточно хорошо и с успехом заменяет воронку для горячего фильтрования.

Для обогрева воронки горячим воздухом можно воспользоваться прибором (рис. 381), представляющим собой металлическую четырехугольную коробку, две противоположные боковые стороны которой прорезаны.

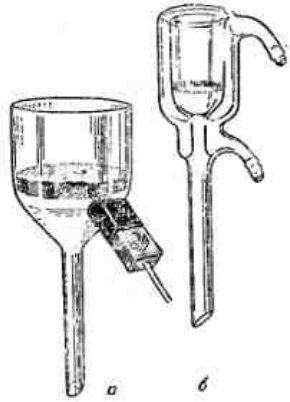


Рис. 382. Обогреваемые нутч-фильтры:
а — с электрообогревом; *б* — с рубашкой.

Очень удобны для работы стеклянные нутч-фильтры с впаянной стеклянной пластинкой из пористого стекла. Они бывают или с электрообогревом (рис. 382, *а*), или с рубашкой (рис. 382, *б*), через которую можно пропускать нагретую воду, проводя фильтрование при заданной температуре. У нутч-фильтров с электрообогревом нагревательный элемент, помещенный в стеклянную трубку, впаян в фильтрующую пластинку. Включение в сеть производится через трансформатор на 24 *в* и мощностью 100 *вт*. Включать прибор непосредственно в сеть нельзя.

Фильтрование при охлаждении

Фильтрование веществ, имеющих низкую температуру плавления, а также некоторых растворов в обычных условиях не всегда возможно. В подобных случаях прибегают к фильтрованию при охлаждении. Многие органические вещества затвердевают и кристаллизуются только

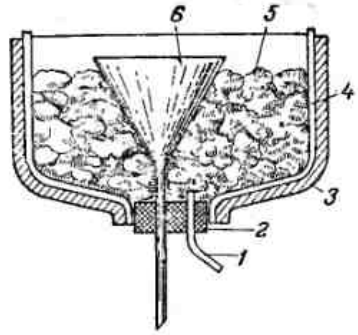


Рис. 383. Прибор для фильтрования с охлаждением:
1 — отводная трубка; *2* — пробка; *3* — войлок; *4* — сосуд; *5* — охлаждающая смесь; *6* — воронка.

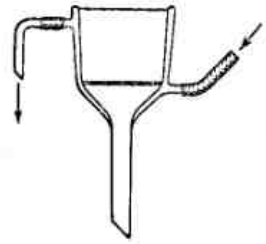


Рис. 384. Фарфоровая воронка с водяным охлаждением.

при охлаждении, например уксусная кислота, бензол и др., поэтому кристаллы этих веществ можно отделить фильтрованием только при охлаждении.

Для проведения этой операции собирают прибор, изображенный на рис. 383. К глиняной бутыли с отрезанным дном (и только в крайнем случае к широкогорлой банке или склянке, у которых дно также должно быть отрезано) подбирают резиновую пробку, в которой высверливают два отверстия: одно — для воронки, другое — для отводной трубки. Сосуд обертывают войлоком, который закрепляют веревкой. После этого в пробку вставляют воронку и отводную трубку. Последнюю можно вставить до того, как пробка будет укреплена в сосуде. Вставляя воронку, конец ее нужно смазать глицерином

или вазелиновым маслом. Еще удобнее вставить в пробку стеклянную трубку, которую соединяют с воронкой куском резиновой трубки.

Когда прибор собран, проверяют правильность сборки и только после этого заполняют охлаждающей смесью (например, смесью льда с солью, льдом или снегом). На отводную трубку следует надеть резиновую трубку для отвода воды.

Имеются специальные фарфоровые воронки с водяным охлаждением (рис. 384). Воронка имеет фарфоровую рубашку и два тубуса: через нижний вода поступает, а через верхний удаляется. Значительного охлаждения с этой воронкой получить нельзя.

Фильтрование в атмосфере инертного газа

Для фильтрования растворов веществ, изменяющихся под действием воздуха, следует применять особые меры предосторожности и проводить операцию в атмосфере

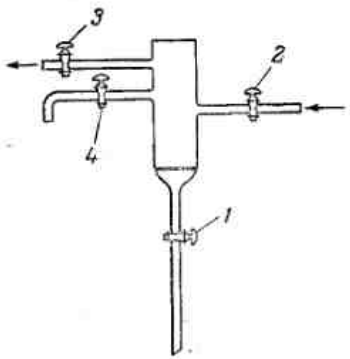


Рис. 385. Воронка для фильтрования в атмосфере инертного газа.

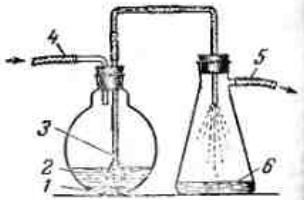


Рис. 386. Фильтрование чувствительных к воздуху веществ: *1* — осадок; *2* — отстоявшаяся прозрачная жидкость; *3* — трубка с вплавленной фильтрующей пластинкой; *4* — поступление инертного газа; *5* — присоединение к водоструйному насосу; *6* — фильтрат.

инертного газа (аргон, азот). Для этой цели можно применять закрытую воронку с фильтрующей пластинкой из пористого стекла (рис. 385).

Вначале, собрав прибор, т. е. соединив воронку с приемником, открывают краны *1* и *2*, закрыв краны *3* и *4*, пропускают инертный газ. Через несколько минут, когда из прибора будет вытеснен весь воздух, открывают вначале кран *3* для удаления газа и затем — кран *4* для поступления фильтруемой жидкости. Когда вся жидкость отфильтрована, закрывают краны *1* и *4*, затем кран *2* и, наконец, кран *3*.

Приемник также все время продувают инертным газом, поступающим по трубке из крана *3* и удаляющимся по газоотводящей трубке, снабженной клапаном Бунзена.

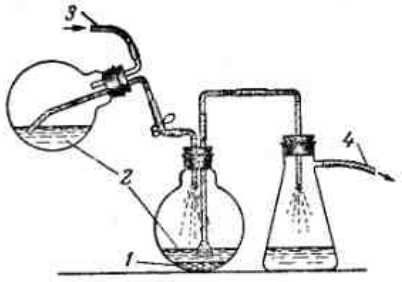


Рис. 387. Промывание осадков, чувствительных к воздуху: *1* — осадок; *2* — промывная жидкость; *3* — подводка инертного газа; *4* — присоединение к водоструйному насосу.

Для фильтрования чувствительных к воздуху веществ используют прибор, изображенный на рис. 386. Осадку дают отстояться, над ним все время поддерживают атмосферу инертного газа. В раствор погружают насадку для фильтрования и соединяют ее с колбой Бунзена, в свою очередь соединенной с вакуум-насосом. Устройство для промывания таких осадков показано на рис. 387.

Фильтрование с использованием центрифуги

Для отделения твердых взвешенных частиц от жидкости может быть использована центробежная сила. Применяемый для фильтрования этим способом прибор состоит из крупнопористого или перфорированного (с просверленными отверстиями маленького диаметра) керамического сосуда, укрепленного на оси центрифуги. Этот сосуд находится внутри стеклянного сосуда, имеющего сточное

отверстие для отделяемой жидкости. Оба они могут находиться внутри металлического кожуха, обеспечивающего безопасность работы. Внутри перфорированного сосуда, по его внутренней стенке, кладутся полоски фильтровальной бумаги. Поверх этих полосок помещают небольшой слой фильтровальной целлюлозной массы, что позволяет отделять довольно мелкие частицы и фильтровать даже некоторые коллоидные растворы, например горячие растворы желатины.

Для облегчения фильтрования коллоидные растворы должны быть нагреты, поэтому специальные приборы для центрифужного фильтрования снабжены подогревающим устройством.

Жидкость с осадком, подлежащую центрифугированию, можно добавлять в перфорированный сосуд предварительно, когда еще не включен мотор центрифуги. В этом случае пуск мотора производят через реостат, постепенно увеличивая число оборотов. Жидкость можно также вводить в керамический сосуд.

Преимуществами центрифужного фильтрования являются высокая скорость, возможность быстрого промывания осадка, отжатия осадка от жидкости почти досуха (остаточную влажность можно довести почти до 1%).

Для центрифужного фильтрования можно приспособить и обычные лабораторные центрифуги (электроцентрифуги) устаревших образцов, заменив в них ось с гнездами для пробирок перфорированным сосудом. При фильтровании неагрессивными жидкостями перфорированный сосуд можно сделать и из нержавеющей стали или другого некорродирующего сплава. В качестве материала для подшипников рекомендуется фторопласт.

Фильтрование под давлением

В некоторых случаях бывает необходимым фильтровать высоковязкие жидкости, расплавы органических и неорганических веществ, тестообразные вещества или отделить фильтрованием шламистые и илистые осадки и т. п. Все подобные вещества в обычных условиях отфильтровать не удается.

В зависимости от температуры вязкость у многих из перечисленных веществ может изменяться очень резко,

что всегда вызывает затруднения при фильтровании. Поэтому их фильтруют с соблюдением особых условий. Большие затруднения вызывает отделение шламистых и илистых осадков, величина частиц которых очень часто приближается к величине частиц коллоидов.

Также трудно фильтровать такие вязкие жидкости, как лаки, жидкие смолы и пр. Высоковязкие жидкости можно фильтровать только при достаточно высоком давлении, в отдельных случаях достигающем десятков и даже сотен атмосфер. Вследствие этого для фильтрования применяют специальные приборы, а к фильтрующим материалам предъявляют особые требования.

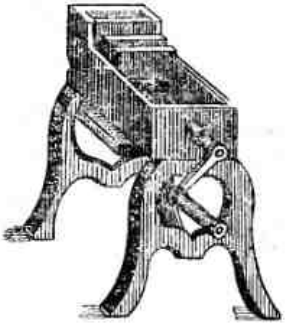


Рис. 388. Горизонтальный лабораторный фильтр-пресс.

Для фильтрования тестообразных веществ в качестве фильтрующего материала применяют сетки особого плетения из металлов, не вступающих во взаимодействие с фильтруемым веществом.

Для сравнительно невысоких давлений, около 5—6 *атм*, при фильтровании не очень вязких жидкостей или отделении шламистых и илистых осадков в качестве фильтрующего материала часто используют фильтровальную бумагу, которую следует укладывать не менее чем в два слоя. Кроме бумаги, применяют также текстильные материалы, как мадеполам, бязь, фланель, специальные фильтровальные ткани (например, бельтинг и др.), ткани из стекловолокна, из различных искусственных и синтетических волокон. Как правило, любой фильтрующий материал укрепляют на металлической сетке или пластине с перфорацией.

Для фильтрования применяют приборы, рассчитанные на повышенное или высокое давление. К таким приборам относится горизонтальный лабораторный фильтрпресс (рис. 388), конструктивно представляющий собой малую модель производственных фильтрпрессов. Кроме того, предложено много разных конструкций приборов для фильтрования при высоком давлении. Одним из удачных

приборов является установка* для фильтрования под давлением (рис. 389).

Фильтр представляет собой цилиндрический корпус *1*, снабженный откидной крышкой *4*, которая при открывании поворачивается на свободных петлях *13*. Между крышкой фильтра и его корпусом помещена резиновая прокладка *3*. Крышка прижимается к корпусу винтом *5*, ввернутым в откидную скобу *6*, поворачивающуюся вокруг цапф *2*, приваренных к корпусу фильтра. В нижней части корпуса имеется внутренний бурт *9* с кольцевой канавкой, в которую вставлено резиновое кольцо *12*. К бурту *9* приварено коническое дно *11* корпуса, в центре которого находится открытая трубка *10* для стока фильтрата.

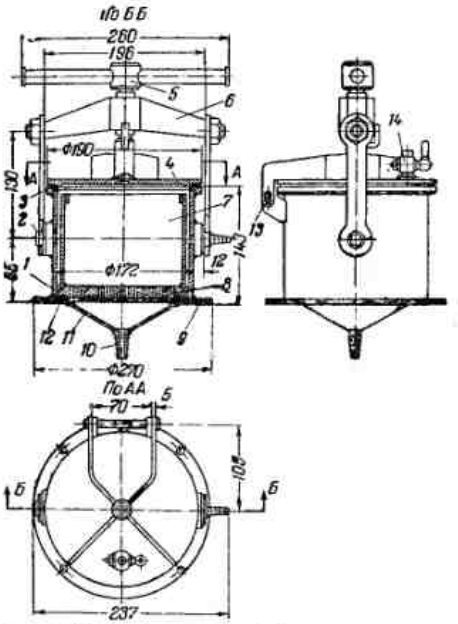


Рис. 389. Лабораторный фильтр-пресс:

1 — металлический корпус; *2* — цапфы; *3* — резиновая прокладка; *4* — откидная крышка; *5* — винт; *6* — откидная скоба; *7* — фильтровальный стакан; *8* — днище стакана; *9* — бурт; *10* — трубка для стока фильтрата; *11* — дно корпуса; *12* — резиновое кольцо; *13* — свободные петли; *14* — кран.

* Бюллетень Центрального института информации МЦМ СССР, № 5 (46), 15 (1958).

Внутри корпуса установлен фильтровальный стакан *7*, изготовленный, в зависимости от назначения фильтра, из стали, силумина или химически инертной пластмассы — плексигласа и т. п. Днище *8* фильтровального стакана перфорировано мелкими отверстиями и имеет канавки небольшой глубины, облегчающие отжим фильтрата. Стакан краем своего днища опирается на резиновое кольцо *12*, создающее уплотнение между стаканом и корпусом фильтра. В стакан укладывают фильтровальную ткань или бумагу, заполняют его суспензией и включают сжатый воздух. Сжатый воздух подается в корпус фильтра через трубку, введенную в одну из цапф *2*. На крышке фильтра имеется кран *14*, который служит для снятия давления перед вскрытием фильтра.

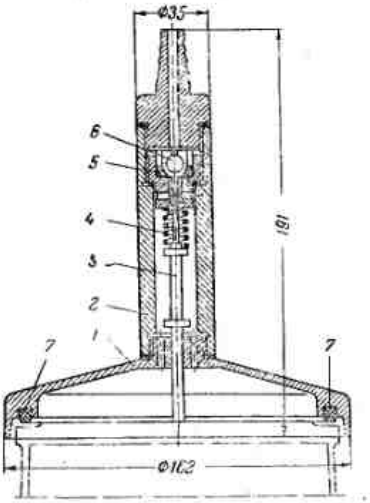


Рис. 390. Отдувочное приспособление:

1 — воронка; *2* — полая рукоятка; *3* — стержень; *4* — отжимная пружина; *5* — седло клапана; *6* — шариковый клапан; *7* — уплотняющая прокладка.

Такие фильтры могут быть собраны в батарею, образующую установку.

Давление можно создавать компрессором от линии сжатого воздуха или газа, или от баллона с сжатым воздухом, азотом или аргоном.

Для извлечения осадка из фильтровального стакана установку снабжают так называемым отдувочным при-

способлением (рис. 390). Оно представляет собой металлическую воронку *1* с полой рукояткой *2* и шариковым клапаном *6*. Для отдувки воронку прижимают к днищу перевернутого фильтровального стакана. Стержень *3* открывает клапан, впуская сжатый воздух внутрь воронки. Осадок при этом отделяется от днища стакана*.

Отделение трудноотфильтровываемых осадков

К числу трудноотфильтровываемых осадков относятся многие гидроокиси, многие органические вещества, осадки, получаемые при обработке уксуснокислым свинцом растительных экстрактов, и пр. Для облегчения фильтрования жидкостей, содержащих такие осадки, к ним добавляют целлюлозную массу и т. п. Однако добавление целлюлозной массы допустимо не всегда и особенно при аналитических работах, когда осадок приходится нагревать или прокаливать. Не следует забывать, что газообразные продукты и уголь, образующиеся при сгорании бумаги, могут действовать как восстановители.

Кроме того, в некоторых случаях наблюдается каталитическое действие размельченной бумажной массы.

Отделение трудноотфильтровываемых осадков можно ускорить, если осадку в процессе фильтрования не давать отстаиваться в приборе для фильтрования, что предотвращает заполнение пор фильтра. Осадок должен все время, особенно на первой стадии фильтрования, находиться во взвешенном состоянии. Для поддержания осадка в таком состоянии предложено несколько устройств. Наиболее рациональным оказалось применение кольцевого магнита** (рис. 391). Кольцевой магнит таких размеров, чтобы в него входил фильтрующий тигель или подобное приспособление, укреплен в алюминиевом или латунном кольце, имеющем нижний, более широкий, и верхний борта. Верхний борт соприкасается с тремя резиновыми валиками, которые соединены между собой тросом или кожаным шнуром. Валики приводятся в движение или небольшим мотором или от трансмиссии. Движение валиков передается кольцевому магниту.

* См. также описание прибора, предложенного Коноваловым Г. С., Зав. лаб., **30**, 1149 (1964).

** Mikrocim. Acta, вып. 4, 859 (1955).

На фильтрующую поверхность помещают железный якорь, запаянный в стеклянную или кварцевую трубку (как у магнитной мешалки). В некоторых случаях, особенно при препаративных работах, можно применять якорь из полированного чистого никеля. Однако никелевый якорь нельзя применять в тех случаях, когда приходится фильтровать аммиачные растворы, которые могут оказывать на никель химическое действие.

Если фильтруют в тиглях, которые в дальнейшем будут нагревать для прокаливания осадка, то следует пом-

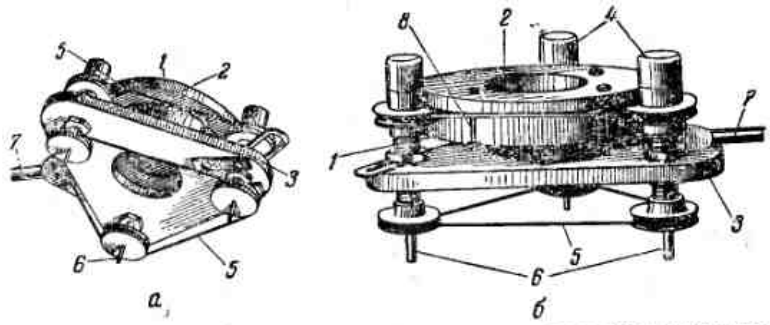


Рис. 391. Приспособление с кольцевым магнитом для перемешивания при фильтровании трудноотфильтровываемых осадков:

а — вид снизу; *б* — вид сбоку; *1* — алюминиевое или латунное кольцо; *2* — верхний борт; *3* — нижний борт; *4* — резиновые валики; *5* — трос или кожаный шнур; *6* — ось для присоединения к моторчику или трансмиссии; *7* — держатель для крепления к штативу при помощи муфты; *8* — штыри, поддерживающие кольцевой магнит, укрепленный в кольце.

нить, что якорь, запаянный в стекло, можно нагревать до температуры не выше 400 °С. Нагревать до более высокой температуры можно только якорь, запаянный в кварцевую трубку, так как кварц выдерживает нагревание выше 1000 °С.

Перемешивание ускоряет фильтрование приблизительно от 2 до 10 раз.

При отделении тонких суспензий, а также очень мелкозернистых осадков, как щавелевокислый кальций, сернокислый аммоний и пр., к перемешиванию жидкости и осадка во время фильтрования приходится прибегать только в редких случаях. Обычно таким осадкам следует дать постоять не менее чем 16—20 *ч*, чтобы они «созрели». В результате перекристаллизации размеры кристаллов увеличиваются и их можно отфильтровывать обычным

путем, но с применением подходящего фильтра (например, с синей лентой).

Для фильтрования некоторых трудноотфильтровываемых осадков, например гидроокисей некоторых металлов, необходимо создавать условия, при которых разрушалась бы гидратная оболочка, образующаяся около молекулы или частички гидроокиси. Это очень хорошо достигается замораживанием осадка с последующим оттаиванием. С отстоявшегося осадка осторожно сливают жидкость, а остающийся в стакане осадок помещают в холодильную смесь или в морозильник холодильника. Необходимо, чтобы температура не превышала —20 °С. Осадок замораживают и выдерживают не менее 1 *ч*. После этого стакан с осадком выдерживают при комнатной температуре до полного размораживания и отстаивания. К отстоявшейся массе можно добавить охлажденную дистиллированную воду и отфильтровать полученную массу. Отстоявшийся осадок, имеющий зернистую структуру, отфильтровывается очень легко.

Точно так же замораживание и последующее оттаивание гидратированных осадков сульфидов (Sb_2S_3, SnS_2, CdS и ZnS) приводит к образованию плотных, хорошо отфильтровываемых осадков зернистого характера. Объем осадков при этом уменьшается более чем в 10 раз. Температура замораживания оказывает известное влияние на характер осадков. Наиболее крупные частицы осадков получаются, если и замораживание вести при температуре от —5 до —10 °С. Вредное действие оказывают электролиты, присутствующие в жидкой фазе и понижающие действие замораживания на свойства сульфидов. После замораживания и оттаивания осадки не пептизируют и легко отмываются от адсорбированных электролитов.

Фильтрование легколетучих жидкостей

Большие затруднения вызывает фильтрование легколетучих жидкостей, так как при фильтровании их даже на холоду они заметно испаряются. В подобных случаях очень удобно пользоваться прибором Катца (рис. 392). Его монтируют из двух стеклянных бутылей подходящей емкости. К обеим бутылям подбирают хорошие, плотно сидящие пробки и просверливают их точно в середине так, чтобы через обе пробки прошла стеклянная трубка диаметром 6 *мм* и длиной 100 *мм*. На эту трубку (*1*) вначале наматывают квадратный кусок фильтровальной бумаги (80 × 80 *мм*), перевязывают ее в двух местах (*2*), затем сдвигают к одному концу стеклянной трубки и хорошо привязывают (*3*).

После этого на стеклянную трубку надевают две пробки от двух взятых бутылей (*4*).

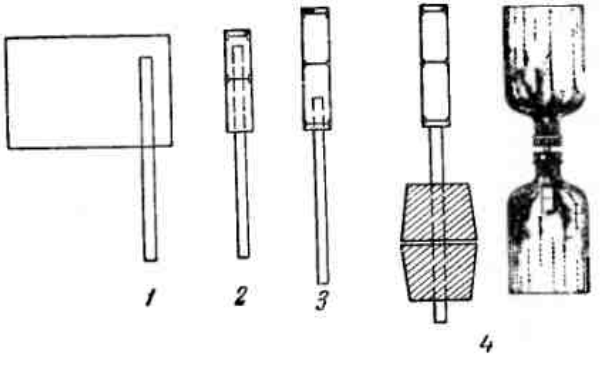


Рис. 392. Прибор Катца для фильтрования легколетучих жидкостей.

Вначале пробкой с трубкой закрывают бутыль, в которой находится фильтруемая жидкость; при этом бумажный патрон должен находиться снаружи. Затем сверху на вторую пробку укрепляют вторую бутыль, в которую должен поступать фильтрат. Когда прибор собран, его перевертывают так, чтобы бутыль с фильтруемой жидкостью находилась вверху.

При фильтровании в этом приборе никаких побудительных операций (встряхивания и пр.) делать не нужно.

В зависимости от вязкости взятой жидкости, температуры и других условий фильтрование идет с различной скоростью.

Очень большого количества жидкости сразу брать не нужно. Достаточно, чтобы ее было не больше половины бутыли, а еще лучше — меньше.

Автоматическое фильтрование

Процесс отфильтровывания осадков, особенно при работах с небольшими количествами, при полумикро- и микрохимических работах можно автоматизировать. Для этого предложено много приспособлений. На рис. 393 изображен прибор Винтерштейнера, который применяют при микрохимических работах. Этот прибор состоит из колбы Бунзена *1*, в резиновую пробку которой вставлена

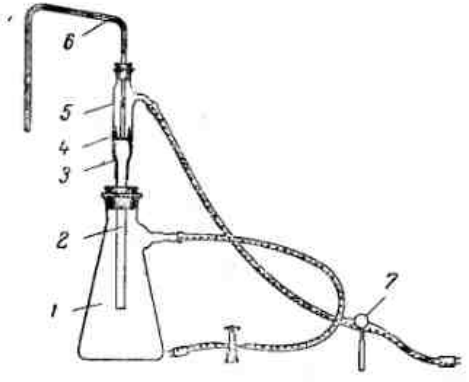


Рис. 393. Прибор для автоматического фильтрования:
1 — колба Бунзена; *2* — стеклянная трубка; *3* — резиновая манжета; *4* — тигель Гуча; *5* — насадка; *6* — сифонная трубка; *7* — зажим.

стеклянная трубка *2* с небольшим расширением сверху. На эту трубку при помощи резиновой манжеты *3* крепят тигель Гуча *4* или тигель со вплавленной пластинкой пористого стекла нужной пористости. На эту же манжету, поддерживающую тигель, надевают стеклянную насадку *5* с боковым отростком и открытым верхним концом. В этот конец при помощи резиновой пробки вставляют сифонную трубку *6* таким образом, что конец ее, находящийся внутри насадки, лишь очень немного, на 2—3 *мм*, не доходит до фильтрующей поверхности тигля. Трубку нужно закреплять в таком положении, чтобы капли жидкости, вытекающей из трубки, касались фильтрующей поверхности до того, как они оторвутся от трубки. Диаметр сифонной трубки зависит от осадка, который нужно отфильтровывать. Для таких осадков, как $BaSO_4$ и подобные ему, диаметр трубки должен быть около 0.8 *мм*. В этом случае для увеличения размера капель нижний конец сифонной трубки над тиглем следует несколько расширить. Узкий просвет сифонной трубки служит причиной того, что скорость протекания жидкости через сифон так велика, что увлекается тяжелый осадок $BaSO_4$. Вследствие мелкозернистости осадка малый диаметр сифонной трубки не мешает фильтрованию. Наружный конец сифона вводят почти до дна в сосуд, в котором находится суспензия, подлежащая фильтрованию. Чтобы прибор начал действовать, через резиновую трубку, надетую на отросток колбы Бунзена, отсасывают воздух из прибора или ртом или при помощи водоструйного насоса. При этом жидкость с осадком всасывается через сифонную трубку и поступает на фильтрующую поверхность тигля. Когда ток жидкости установится, всасывание прекращают. Если в сосуде, из которого проводится отсасывание, останется мало жидкости, в сосуд добавляют еще некоторое количество растворителя так, чтобы уровень жидкости все время был на 1—2 *см* выше нижнего конца сифона. Так поступают до тех пор, пока на фильтр не будет переведен весь осадок.

После этого можно, добавляя в сосуд промывную жидкость, тем же путем промыть осадок. Пока в тигле имеется жидкость, фильтрование проходит нормально, но осадок, поступающий с остатками жидкости, может закупорить фильтрующий слой и жидкость перестанет просасываться. В подобном случае нужно открыть зажим *7*, имеющийся на резиновой трубке, надетой на отросток, засосать воздух через эту трубку, и жидкость начнет поступать в тигель. После этого зажим *7* снова закрывают и продолжают фильтрование.

Для отделения легких кристаллических и особенно аморфных осадков (типа гидроокисей алюминия или железа и т. п.) сифонная трубка должна иметь несколько больший внутренний диаметр (около 2—2,5 *мм*).

Аналогичное устройство можно применить при макрохимических работах, изменив размеры прибора*.

---

* О других приспособлениях для автоматического фильтрования см. Лукс Г., Экспериментальные методы в неорганической химии, Изд. «Мир», 1965, стр. 234 сл.

Промывание осадков

Промывание осадков можно проводить, применяя декантацию, на фильтре или на центрифуге.

Промывание с применением декантации. Декантация — сливание жидкости с отстоявшегося осадка. Для декантации удобно применять специальные колбы и стаканы (рис. 394). Промывание с применением декантации заключается в том, что осадок, подлежащий промыванию,

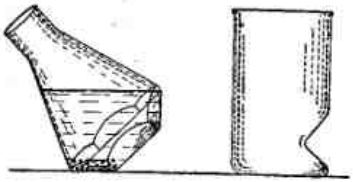


Рис. 394. Колба и стакан для промывания осадков с применением декантации.

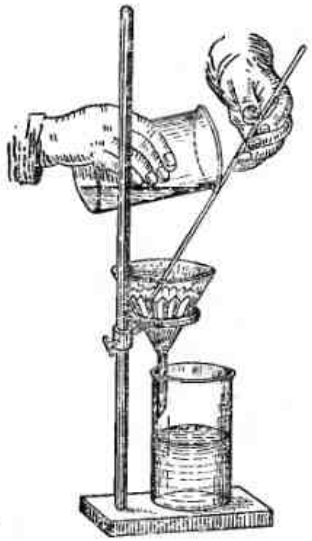


Рис. 395. Сливание жидкости с осадка на фильтр.

заливают дистиллированной, предпочтительно горячей, водой или специально приготовленной промывной жидкостью, взбалтывают при помощи стеклянной палочки, затем дают отстояться. Просветлевшую жидкость, собравшуюся над осадком, осторожно сливают при помощи стеклянной палочки на фильтр в воронке, но так, чтобы осадок оставался в колбе или стакане (рис. 395). К оставшемуся в сосуде осадку снова приливают промывную воду и проделывают все, как в первый раз. После третьего или четвертого промывания проверяют полноту отмывки. Для этого с кончика воронки из последней порции промывной

воды берут несколько капель на часовое стекло или в пробирку и проверяют, содержатся ли во взятой пробе отмываемые ионы. Если они присутствуют, повторяют промывку еще один-два раза. Когда отмываемые ионы не будут обнаруживаться, к осадку добавляют еще некоторое количество воды, взбалтывают его и, не давая отстояться, по палочке переводят на фильтр, через который сливали промывную жидкость. Эту операцию повторяют до тех пор, пока на фильтр не будет переведен весь осадок. В стакане или колбе не должны оставаться частицы осадка. Для полного перенесения осадка на фильтр внутреннюю поверхность сосуда, в котором промывали осадок с применением декантации, обтирают небольшим кусочком фильтровальной бумаги. Фильтровальную бумагу придерживают стеклянной палочкой, на один конец которой надет кусочек резиновой трубки. Прижимая бумагу этим концом, обтирают всю внутреннюю поверхность сосуда возможно тщательнее. Фильтровальную бумагу полезно смочить несколькими каплями дистиллированной воды. Затем палочку также тщательно обтирают этим же кусочком фильтровальной бумаги и промывают над воронкой из промывалки дистиллированной водой. Кусочек фильтра, использованный для обтирания сосуда и палочки, присоединяют к осадку. Такая операция бывает нужна только при аналитических работах, когда осадок нужен для количественного определения какого-либо вещества или элемента.

Путем декантации удается более полно отмыть осадок от маточного раствора; на фильтре же сделать это удается не всегда, так как осадок на нем легко слеживается и промывная вода проходит не через всю массу осадка, а только по промытым ею путям.

Несмотря на значительную затрату времени при отстаивании, скорость фильтрования промывной воды без осадка значительно бо́льшая, поэтому промывание осадка с применением декантации сокращает потребное для этой операции время.

Промывание на фильтре. Отфильтрованный осадок окончательно промывают на фильтре. Промывание продолжают до тех пор, пока в фильтрате не будет обнаруживаться то вещество, которое отмывают. Например, в осадке был сернокислый барий, а в растворе хлористый натрий. Первая соль практически нерастворима в воде,

а вторая — растворима. На фильтре остается сернокислый барий, фильтрат же содержит хлористый натрий, от которого нужно отмыть первую соль, чтобы получить совершенно чистый осадок.

В этом случае промывание осадка водой ведут до тех пор, пока промывная вода не перестанет давать реакцию на ион хлора, т. е. после добавления раствора азотнокислого серебра к подкисленной HNO_3 пробе промывной воды не будет появляться муть вследствие образования хлористого серебра.

Промывание нужно стремиться провести возможно малым количеством жидкости. Это необходимо потому, что абсолютно нерастворимых веществ нет и каждый раз при промывании свежей порцией жидкости часть осадка — правда, очень незначительная — переходит в раствор; разумеется, чем больше будет взято жидкости для промывания, тем больше будут потери и тем больше ошибка при анализе.

Для промывания осадков горячей дистиллированной водой последнюю следует нагревать в колбе-промывалке (см. стр. 42). Прежде чем начать промывание, промывалку с горячей водой следует обязательно встряхнуть. Это необходимо сделать потому, что вода в промывалке может оказаться перегретой и при вдувании воздуха возможно внезапное вскипание и выброс кипятка через трубку в рот.

При промывании осадка на фильтре придерживаются следующих правил:

1. *Воду наливают на фильтр в таком количестве, чтобы она полностью покрывала осадок и не доходила до краев фильтра на 3—5 мм.* Ни в коем случае не допускается наливать воду выше фильтра. Работа при этом может быть испорчена.

2. *Каждую новую порцию воды выливают на фильтр не раньше, чем будет полностью профильтрована предыдущая.* В противном случае промывание осадка сильно затягивается и для промывания требуется большое количество жидкости.

3. Во избежание разбрызгивания *наливать воду на фильтр рекомендуется по палочке*, так же как при перенесении осадка.

Конечно, количество применяемой для промывания жидкости зависит от природы и состояния промываемого осадка. Для промывания некристаллических (так называемых аморфных и студенистых) осадков требуется больше жидкости; время, необходимое для промывания таких осадков, также больше. Коллоидную кремневую кислоту приходится промывать очень долго и очень большими количествами жидкости (после прокаливания кремневой кислоты образуется коллоидная двуокись кремния, называемая силикагелем). При явно кристаллических осадках промывание идет легче и быстрее.

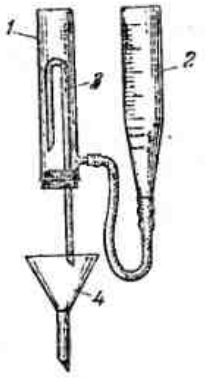


Рис. 396. Устройство прибора для непрерывного промывания осадков на фильтре:
1 — сосуд с сифоном; *2* — сосуд с промывной жидкостью; *3* — сифон; *4* — воронка с фильтром.

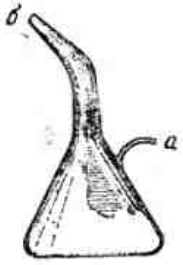


Рис. 397. Капельница для горячего промывания.

Иногда нужно применять непрерывное промывание осадков на фильтре. Колбу подходящего размера заполняют водой или нужным раствором, закрывают пробкой с отводной трубкой и опрокидывают вверх дном, погружая отводную трубку в воронку с осадком. Когда уровень жидкости в воронке достигает конца трубки, из колбы вытекает новая порция жидкости, в результате чего уровень жидкости в воронке поддерживается постоянным.

В некоторых лабораториях находит применение простой прибор (рис. 396), действующий автоматически*. Промывная жидкость в воронку с осадком поступает через определенный промежуток времени. Прибор состоит

* Корженивский Г. А., Зав. лаб., **3**, № 2, 165 (1934).

из сосуда *1* с сифоном *3* и сосуда *2*. Сосуды *1* и *2* соединены между собой резиновой трубкой. Очень важным является правильное устройство сифона *3*; его конец, находящийся внутри сосуда *1*, должен быть остро срезан и согнут очень близко к отводной части. Промывная жидкость подается в сосуд *2* из крана (на рисунке не показан) и обязательно по стенке сосуда. Приток нужно регулировать так, чтобы время заполнения прибора было несколько меньше времени вытекания из воронки. Изменяя длину согнутой части сифона от кончика до места сгиба, можно изменить и количество поступающей в один прием жидкости. Вытекание жидкости через сифон начинается только тогда, когда уровень жидкости в сосуде *1* достигнет вершины сифона. Как только жидкость вытечет, снова происходит заполнение сосуда *1*. Кончик сифона *3*, опускающийся в воронку, должен соприкасаться с фильтром.

Этот прибор очень удобен и может быть смонтирован на том же штативе, на котором укрепляют воронку с фильтром.

При аналитических работах довольно часто приходится промывать осадки небольшими порциями горячей жидкости. В этом случае удобно пользоваться капельницей (рис. 397), которая может быть изготовлена из конической колбы. Через тонкий капилляр *а* горячую жидкость можно выливать по каплям. Если нужно выливать большое количество жидкости, то следует пользоваться концом *б*. В этой капельнице можно нагревать жидкость и при необходимости применять ее очень горячей.

При проведении массовых анализов, когда одновременно бывает необходимым фильтровать и промывать целую серию осадков, стремятся применять устройства, облегчающие работу. В качестве такого устройства можно применять, например, установку, показанную на рис. 398. Особенность ее заключается в том, что воронки укреплены по окружности диска. На специальную стойку, находящуюся в центре диска, помещают промывалку, снабженную резиновой грушей, что позволяет регулировать подачу промывной жидкости или дистиллированной воды.

Для автоматического промывания осадков водой или какими-либо растворами можно использовать также приспособления, изображенные на рис. 399. С этой же целью

можно применять устройство, аналогичное применяемым для автоматического питания водяной бани (см. стр. 188, рис. 183).

Нет смысла приступать к фильтрованию, если осадок нельзя будет промыть в тот же день. Поэтому осаждение лучше делать в конце рабочего дня. Раствор с выпавшим осадком оставить на ночь, прикрыв стакан, чтобы предохранить раствор от попадания пыли, и начинать фильтрование с утра следующего дня.



Рис. 398. Устройство для промывания серии осадков.



Рис. 399. Устройство для автоматического доливания жидкости на фильтр.

Для промывания осадков растворами (например, раствором аммиака) можно применять установку, показанную на рис. 400. Установка состоит из бутыли с нижним тубусом, которую помещают на высокую подставку. Бутыль закрыта резиновой пробкой, в которую вставлена хлоркальциевая трубка, снаряженная для поглощения тех газов, которые могут оказать химическое действие на промывную жидкость. Для предохранения растворов аммиака или щелочей используют аскарит, поглощающий из воздуха двуокись углерода.

В тубус на резиновой, хорошо укрепленной (лучше привязанной) пробке вставляют согнутую под прямым углом стеклянную трубку. На конец этой трубки, обращенный вниз, надевают резиновую трубку, оканчивающуюся стеклянной насадкой (как у промывалки). Рези-

новая трубка снабжена пружинным зажимом Мора. При работе открывают зажим Мора и струей жидкости промывают стенки стакана, а затем сливают жидкость в воронку.

Для удаления осадков со стенок сосудов рекомендуется пользоваться резиновой лопаточкой, которую делают из куска резины в форме лопатки или трапеции, укрепленного на стеклянной палочке соответствующего размера

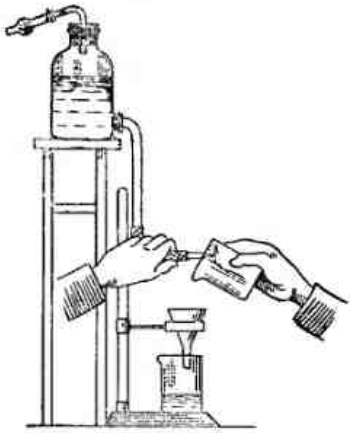


Рис. 400. Установка для промывания осадков растворами.

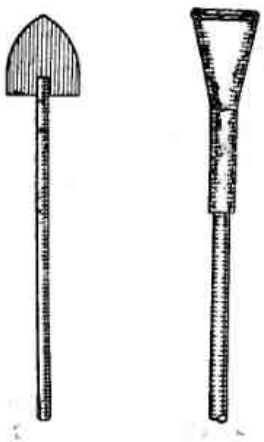


Рис. 401. Резиновые лопаточки для снимания осадков.

(рис. 401). Для обтирания посуды, особенно для полумикроанализа, может служить небольшой кусок тонкостенной резиновой трубки подходящего диаметра, который с одного конца склеивают, а другим концом надевают на стеклянную трубку.

Промывание на центрифуге. При работе с малыми количествами осадков вместо фильтрования выгоднее проводить центрифугирование, для чего применяют специальные пробирки (см. стр. 477). Центрифугирование продолжается 1—2 *мин* или больше, в зависимости от величины частиц осадка. В результате центрифугирования осадок собирается на дне пробирки плотным слоем. Жидкость над осадком осторожно отбирают при помощи пипетки. Для промывания осадка в пробирку наливают столько же жидкости (воды или другой промывной жидкости), сколько ее было при первом центрифугировании, взбалтывают

осадок при помощи стеклянной палочки и снова центрифугируют. Центрифугат (жидкость, отделенная от осадка) проверяют на полноту отмывки обычным приемом, т. е. отобрав чистой пипеткой несколько капель центрифугата, проверяют его при помощи подходящей химической реакции на отмываемый ион.

О фильтровании нужно помнить следующее:

1. *Величина фильтра должна быть соразмерна с количеством осадка*: чем меньше выпадает осадка, тем меньше должен быть фильтр, и наоборот.

2. Перед тем как перенести на фильтр осадок, надо два-три раза промыть его с применением декантации и окончательно отмыть на фильтре.

3. *Уровень фильтра в воронке должен быть всегда ниже края воронки; осадок должен занимать не больше половины фильтра.*

4. При работе с тяжелыми осадками надо пользоваться конусом для фильтрования.

5. При отфильтровывании очень мелких осадков следует пользоваться особо плотными фильтрами (бариевыми); *не всякая фильтровальная бумага годна для отфильтровывания любых осадков.*

6. *Жидкость сливать на фильтр всегда надо при помощи стеклянной палочки*; уровень жидкости не должен доходить на 3—5 *мм* до края фильтра.

7. *Нагретая жидкость фильтруется легче.*

8. При промывании осадка на фильтре каждую свежую порцию воды или другой жидкости надо добавлять только, когда предыдущая порция уже стекла достаточно полно; *всегда удобнее промывать осадок небольшими порциями воды.*

9. *Ускорить* фильтрование можно *удлинением трубки воронки*, применением вакуума и воронки Бюхнера.

10. При складывании фильтра необходимо следить, чтобы не прорвалась верхушка его. *Фильтр должен плотно прилегать к стенке воронки, а конец воронки при фильтровании должен касаться стенки стакана.*

11. Перед фильтрованием *фильтр следует смочить* в воронке той жидкостью, которая будет фильтроваться. Для смачивания надо применять *только чистую жидкость.*

12. *При фильтровании огнеопасных жидкостей рядом не должно быть зажженных горелок.*

13. При фильтровании под вакуумом надо следить, чтобы в колбе не собиралось слишком много фильтрата. Нельзя допускать, чтобы он доходил до отростка, соединяющего колбу с вакуум-насосом.

14. При сборке прибора для фильтрования под вакуумом надо помещать предохранительную склянку между колбой и вакуум-насосом.

15. *При работе с фильтрами из прессованного стекла нельзя забивать их так, чтобы потом нельзя было промыть.* Очищать фильтры из прессованного стекла *растворами щелочей нельзя.*

ОТЖИМ

Когда отфильтрованную массу нужно сильно отжать, чтобы максимально удалить из нее жидкость, прибегают к отжиму при помощи специальных лабораторных прес-



Рис. 402. Открытый пресс.

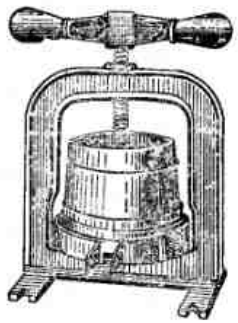


Рис. 403. Закрытый пресс.

сов*. Вещество, подлежащее отжиму, завертывают в чистое полотно или другой чистый текстильный материал (в зависимости от характера отжимаемой жидкости) и закладывают в пресс. Открытый пресс (рис. 402) следует завинчивать очень медленно, так как при быстром завинчивании отжимаемая жидкость будет разбрызгиваться через материал во все стороны, теряться и пачкать окружающие предметы. Под нижнюю тарелку пресса, имеющую носик для стока жидкости, подставляют какой-нибудь сосуд.

Закрытый пресс (рис. 403) дает возможность применять быстрый отжим, так как рубашка, окружающая пресс, препятствует разбрызгиванию жидкости.

Кроме вертикальных прессов, в специальных случаях применяют небольшие горизонтальные лабораторные прессы, подобные изображенному на рис. 388 (см. стр. 455).

В некоторых химических лабораториях применяют гидравлические или масляные прессы, позволяющие отжимать под очень большим давлением. Они удобны, но громоздки и дороги.

* Для отжима жидкости от осадка часто применяют тарелки из пористой глины или из асбеста. Отжимаемый осадок растирают на этих тарелках.

УЛЬТРАФИЛЬТРОВАНИЕ И УЛЬТРАФИЛЬТРЫ

В некоторых случаях фильтрование затруднено, например фильтрование студенистых осадков; в случае же коллоидных растворов фильтрование не дает никакого эффекта, так как коллоидные частицы легко проходят через обычные фильтрующие материалы.

Устранить эти трудности, а также добиться задержания коллоидных частиц возможно путем ультрафильтрования. В указанном процессе используют специальные ультрапористые фильтрующие материалы — мембранные фильтры, целлафильтры и ультратонкие фильтры.

Мембранными называют фильтры, изготовленные из эфиров целлюлозы (нитроцеллюлозы, ацетата целлюлозы и пр.). Они нечувствительны к водным растворам аммиака, нейтральных солей, кислот и к разбавленным растворам щелочей, но растворяются в некоторых органических растворителях (ацетон, спиртоэфирная смесь, этилацетат и пр., в зависимости от материала мембранного фильтра).

Целлафильтрами называют фильтры из чистой регенерированной целлюлозы, получаемые или из соответствующих растворов целлюлозы (например, медноаммиачного), или же путем омыления пленок из эфиров целлюлозы.

Ультратонкие фильтры по существу являются мембранными фильтрами (изготовляются из тех же материалов), но имеют более тонкие поры.

Изготовление мембранных, ультратонких и целлафильтров возможно не в каждой лаборатории, так как это весьма сложный процесс.

Для изготовления быстрофильтрующих ультрафильтров обычную фильтровальную бумагу хорошо смачивают водой и заливают 4%-ным раствором коллодия (спирто-

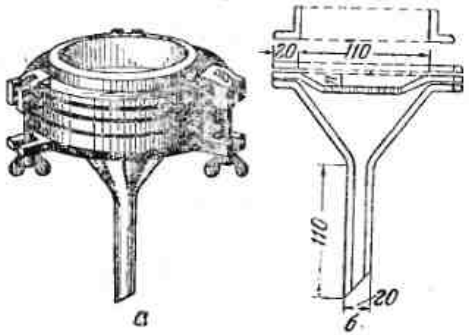


Рис. 404. Ультрафильтр Зигмонди.

эфирным), положив предварительно бумагу на стеклянную пластинку. Избыток коллодия сливают и, после того как оставшаяся на фильтре коллодиевая пленка несколько подсохнет, наливают новую порцию коллодия, избыток которого также сливают. Когда второй слой несколько подсохнет и будет еще пахнуть спиртом, фильтр погружают в воду и хранят в ней до применения.

Мембранные фильтры могут быть изготовлены не только из эфиров целлюлозы, но и из желатина; такие фильтры проще в изготовлении, но служат более короткий срок.

Для приготовления желатиновых ультрафильтров в 5—10%-ный раствор желатина, нагретый до 40 °С, погружают фильтровальную бумагу и выдерживают минут 10. Вынутые из раствора желатина фильтры оставляют на воздухе и затем еще влажными погружают в 4%-ный раствор формальдегида, охлаждаемый льдом. Через 30—45 *мин* фильтры вынимают и продолжительное время тщательно промывают водой.

Фильтры лучше всего хранить в банке с водой, причем на дно банки полезно положить кусок медной проволоки или медную пластинку.

Применение всех этих фильтров позволяет фильтровать такие осадки, которые не задерживаются бумажными фильтрами (например, сульфат бария, оксалат кальция, сульфид цинка и т. д.), студенистые же осадки (например, гидроокись алюминия) отфильтровываются на мембранных фильтрах скорее и лучше, чем на бумажных.

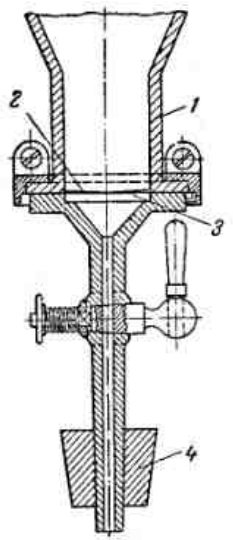


Рис. 405. Ультрафильтр Гольдмана.

1 — стеклянная воронка; *2* — мембрана из ацетата целлюлозы; *3* — пластинка из пористого стекла; *4* — резиновая пробка.

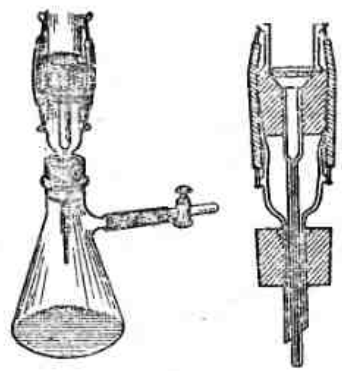


Рис. 406. Аппарат Бюла для ультрафильтрования.

Все эти фильтры характеризуются так называемым водным числом, обозначающим время в секундах, необходимое для того, чтобы определенный объем воды (100 или 200 *мл*) прошел через фильтр.

Обычно изготовляют наборы таких фильтров с различным водным числом.

Для ультрафильтрования применяют специальные аппараты, работающие преимущественно под вакуумом; из них чаще всего применяют ультрафильтр Зигмонди

(рис. 404), ультрафильтр Гольдмана (рис. 405), который укрепляют в колбе Бунзена, аппарат Бюла (рис. 406) и аппарат Тиссена (рис. 407).

ЦЕНТРИФУГИРОВАНИЕ

Помимо фильтрования, разделение смеси жидкого и твердого веществ возможно также путем центрифугирования, т. е. разделения веществ в приборах, называемых центрифугами.

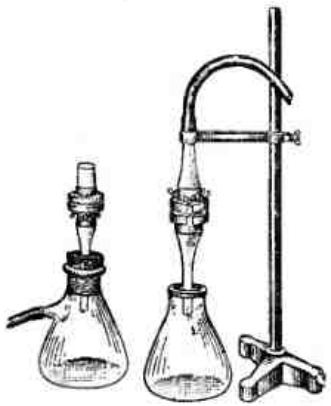


Рис. 407. Аппарат Тиссена для микроаналитических работ (ультрафильтрование).

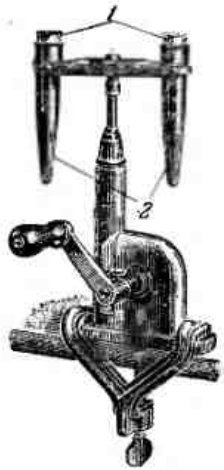


Рис. 408. Ручная центрифуга.

Применение центрифуги основано на использовании центробежной силы. При быстром вращении (центрифугировании) взвешенные в жидкости твердые частицы (с большей плотностью, чем плотность жидкости) под действием развивающейся при вращении центробежной силы отбрасываются от центра и таким путем отделяются от жидкости.

Центрифуги бывают: открытые и закрытые, с ручным и механическим приводом. Основной частью открытой ручной центрифуги (рис 408) является вертикально поставленная вращающаяся ось, перпендикулярно которой на верхнем конце ее прикреплена планка с подвижно

укрепленными двумя (или четырьмя) металлическими гильзами. В эти гильзы вставляют специальные суженные книзу пробирки (рис. 409) с жидкостью, из которой нужно удалить взвешенные частицы.

На дно гильзы кладут кусочек ваты, чтобы избежать прямого соприкосновения стекла с металлом. Когда пробирки вставлены в гильзы, центрифугу приводят в движение и через некоторое время (зависящее от вязкости жидкости, размеров взвешенных частиц и разности плотностей) происходит отделение взвешенных твердых частиц от жидкости, после чего центрифугу останавливают. На дне пробирки собирается плотный осадок твердого вещества, над которым находится чистая жидкость.

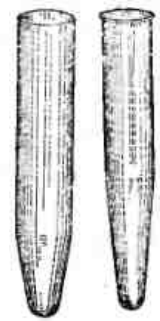


Рис. 409. Пробирки для центрифуг.

Закрытые центрифуги (рис. 410) в зависимости от величины содержат различное количество гильз, от 2 до 12 и больше, расположенных симметрично на одинаковом расстоянии друг от друга и от оси центрифуги.

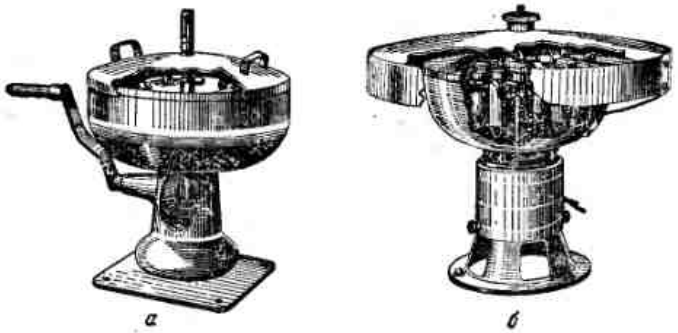
Механические закрытые центрифуги (рис. 410, *б*) более удобны, чем ручные (рис. 410, *а*). Они дают обычно 2000 — 3000 *об/мин*, позволяют достигнуть более совершенного разделения жидкости и твердого вещества.

Пробирки для центрифуг после наполнения жидкостью должны иметь одинаковую массу. Там, где центрифугой приходится пользоваться часто, рекомендуется иметь специальные весы, приспособленные для взвешивания (вернее, тарирования) пробирок. В указанных весах чашки подвешивают к коромыслу при помощи стержней, прикрепленных к центру чашек. На этих стержнях имеются кольца, в которые вставляют пробирки.

Укрепив пробирки, сперва наливают жидкость, подлежащую центрифугированию, в одну пробирку (при помощи, например, пипетки), а затем во вторую, добиваясь уравновешивания чашек.

Никогда не следует наливать в пробирки слишком много жидкости; пробирки наполняют так, чтобы расстояние от края до уровня жидкости было не меньше 10 *мм*.

Когда нужно уравновесить много пробирок, целесообразно применять следующий прием. Уравновесив первую пару пробирок, одну из них вынимают и помещают в гнездо центрифуги, а другую оставляют на весах; эта последняя пробирка будет служить эталоном для остальных; в освободившееся на весах место вставляют другую пробирку, уравновешивают с эталоном и убирают. Целесообразно также предварительно наполнить пробирки (взяв количество жидкости несколько меньше нужного) и уже при уравновешивании добавлять необходимое количество жидкости. Такой прием ускоряет работу.



а *б*

Рис. 410. Закрытые центрифуги:
а — с ручным приводом; *б* — с электромотором.

Уравновешенные пробирки вставляют в гнезда центрифуги.

Центрифугу следует пускать не сразу на полный ход, а постепенно. Это относится как к ручным, так и к механическим центрифугам.

Механические центрифуги для регулирования скорости имеют соответствующие приспособления. Так, электрические центрифуги снабжены реостатами для постепенного включения на полное число оборотов. У центрифуг, приводимых в движение от водяной турбины, постепенность нарастания скорости движения достигается регулированием струи воды. Чем осторожнее было проведено включение, тем надежнее работает центрифуга.

За центрифугой следует постоянно наблюдать; недопустимо загрязнение ее, в особенности движущихся частей. Металлические гильзы должны легко и свободно поворачиваться. Шестерни, приводящие во вращение

центрифугу, должны иметь легкий ход; их нельзя смазывать такими смазками, которые могут загустеть. Ось центрифуги также должна быть в порядке и всегда чистой.

При неосторожном обращении с центрифугами, особенно ручными, можно согнуть ось и этим вывести центрифугу из строя.

После выключения центрифуге дают остановиться самой и только после этого вынимают пробирки.

В последнее время начинают приобретать все большее распространение так называемые суперцентрифуги, дающие до 40 000 *об/мин* (рис. 411). Такие центрифуги особенно удобны для центрифугирования всякого рода вязких растворов, например лаков, тонких дисперсий, а также эмульсий.

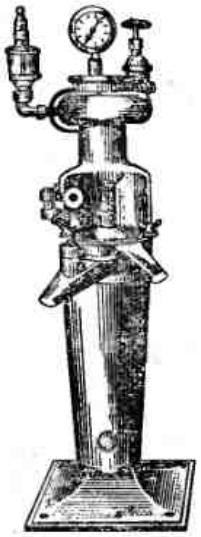


Рис. 411.
Суперцентрифуга.

Жидкость, подлежащая суперцентрифугированию, поступает в патрубок *1*, расположенный в нижней части аппарата. Затем жидкость выливается в рабочий цилиндр *2*, вращающийся со скоростью до 40 000 *об/мин*, в котором происходит отделение более тяжелых частиц, взвешенных в жидкости. Жидкость постепенно поднимается по цилиндру *2* вверх до разделителя *5*, и если разрушают эмульсию, то более легкая жидкость вытекает по стоку *3*, а более тяжелая — по стоку *4*. При отделении твердых частиц с плотностью больше единицы жидкость вытекает по стоку *3*. На внутренней стенке рабочего цилиндра откладывается отделяемый твердый осадок. Время от времени суперцентрифугу останавливают, извлекают рабочий цилиндр *2*, очищают его от осадка и, снова поставив на место, продолжают работу. Весь процесс очистки рабочего цилиндра, от момента остановки до момента нового пуска суперцентрифуги, занимает не более 15 *мин*. Если приходится очищать сравнительно большие количества жидкости, то пользуются тремя суперцентрифугами: одна — работает, другую — очищают, третья — в резерве.

Очистку газов от твердых взвешенных в них частиц, например пыли, проводят путем фильтрования через толстый слой ваты или другого материала, на который газ не действует.

В качестве фильтрующих материалов для газов можно применять стекловолокно, стеклянную или кварцевую вату, многие синтетические материалы, пластинки из пористого стекла. Газы, нагретые до высокой температуры, можно фильтровать через минеральные волокнистые материалы, стеклянную или кварцевую вату, а также через пластинки из пористого стекла.

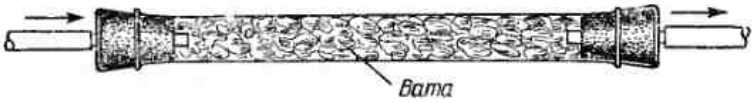


Рис. 412. Трубка для фильтрования газов.

Для фильтрования газов очень удобно применять поглотительную колонку Фрезениуса, наполненную ватой, или же U-образные хлоркальциевые трубки. Газ можно фильтровать также через широкую стеклянную трубку (рис. 412), наполненную ватой или асбестом.

Если фильтруемый газ идет под небольшим давлением, пробки должны быть прикреплены к концам трубки. Для фильтрования газов, идущих под значительным давлением, такую трубку применять нельзя.

Очень удобны специальные насадки с перегородкой из вплавленной фильтрующей пластинки из пористого стекла (рис. 413). Они устойчивы к влажным и корродирующим газам, однако их можно применять только в том случае, если газовая струя идет с давлением, не превышающим 1 *кг/см*^{2}.

Для промывки газов и очистки их от твердых частиц очень хорошо применять стеклянный газопромыватель (рис. 414). Его заполняют водой или серной кислотой.

Кроме того, для промывания газов применяют описанные выше склянки Дрекселя, Тищенко и Вульфа.

* Очистка газов от пыли путем использования электрических полей в так называемых аппаратах Коттреля здесь не описывается; об этом см. Ужов Н. В., Очистка промышленных газов электрофильтрами, Госхимиздат, 1962.

Для этих же целей можно использовать колбу Бунзена. В ее горло вставляют резиновую пробку, снабженную стеклянной трубкой. Эта трубка должна доходить почти до дна колбы и выступать наружу примерно на 5 *см*.

Для разделения смеси газов ее пропускают через растворы, поглощающие те или иные газы. Так, для отделения кислорода применяют влажный фосфор, пирогаллол (пользующийся наибольшим распространением),

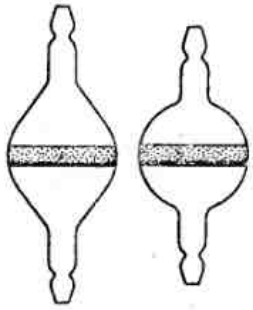


Рис. 413. Насадка для фильтрования газов с пластинкой из пористого стекла.

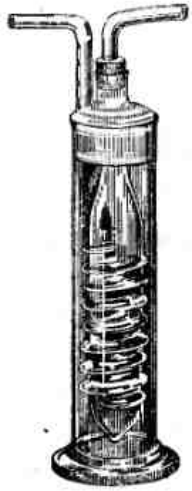


Рис. 414. Стеклянный газопромыватель.

гидросульфит натрия, аммиачный раствор закиси меди и др.

Для получения поглотительного раствора пирогаллола отдельно приготовляют 25%-ный раствор пирогаллола и 60%-ный раствор едкого кали; затем берут на 1 объем раствора пирогаллола 5 объемов раствора едкого кали и смешивают, избегая окисления смеси кислородом воздуха. Лучше всего смешивание проводить в том сосуде, в котором будет происходить поглощение кислорода (пипетки для поглощения, склянки Дрекселя и пр.); 1 *мл* такого раствора поглощает 13 *мл* кислорода.

Хорошим поглотителем является также раствор пирогаллола, рекомендуемый Гофманом. Растворяют 40 *г*

пирогаллола в 90 *мл* воды и этот раствор смешивают с 70 *г* (45 *мл*) концентрированного раствора едкого кали ($d_4^{20} = 1{,}55$) при соблюдении указанных выше условий.

При изготовлении поглотительных растворов пирогаллола нужно брать именно едкое кали, а не едкий натр, так как с последним поглощение идет хуже и медленнее.

Обычно бывает достаточно одного прибора с раствором пирогаллола; нужно следить, чтобы газ пропускался не очень сильной струей. Для большей уверенности в том, что кислород поглощается полностью, иногда берут два поглотительных прибора и соединяют их последовательно.

Для поглощения кислорода вместо обычного пирогаллола применяют так называемый пирогаллол А. Он представляет собой триацетат оксигидрохинона (1,2,4-триоксибензол); поглотительная способность пирогаллола А такая же, как и у пирогаллола.

Преимущество пирогаллола А перед обычным пирогаллолом состоит в том, что при поглощении им кислорода не выделяется окись углерода.

Вместо раствора пирогаллола можно пользоваться раствором $CrCl_2$. Для получения раствора $CrCl_2$ сначала растворяют 40 *г* $Cr(OH)_3$ в 100 *мл* 2 н. раствора HCl или же 193 *г* хромовых квасцов в 1 *л* воды и осаждают гидроокись хрома концентрированным раствором NH_4OH. Осадок $Cr(OH)_3$ промывают водой до отрицательной реакции на ионы SO_4^{2-}; 40 *г* гидроокиси хрома растворяют в 200 *мл* 2 н. раствора HCl. В растворе образуется $CrCl_3$, который восстанавливают до $CrCl_2$ амальгамой цинка. Для изготовления последней к 100 *г* металлической ртути прибавляют 5 *г* гранулированного цинка, несколько миллилитров 2 н. раствора HCl и при помешивании нагревают на водяной бане до полного растворения цинка. Охлажденную амальгаму промывают водой с применением декантации, добавляют солянокислый раствор $CrCl_3$ и взбалтывают до изменения зеленой окраски в голубую. Полученным раствором $CrCl_2$ заполняют поглотительную пипетку газоанализатора, предназначенную для поглощения кислорода; 1 *мл* 20%-ного раствора $CrCl_2$ поглощает 9 *мл* кислорода.

Отработанный раствор регенерируют взбалтыванием его с амальгамой цинка, как описано выше. Поглощение кислорода протекает по уравнению:

$$4CrCl_2 + O_2 + 4HCl \longrightarrow 4CrCl_3 + 2H_2O$$

Для поглощения азота можно применять металлический кальций при красном калении, когда он жадно поглощает азот, или же смесь, состоящую из 1 части магниевого порошка и 5 частей CaO (свежеобоженного) в виде зерен размером макового зерна. Перед употреблением следует добавить 0,25 части тонко нарезанного металлического натрия. Поглощение азота проводят при светло-красном калении этой смеси.

В качестве поглотителя кислорода при газовом анализе используют также кальциевую соль гидрохинон. С кислородом она очень активно реагирует как в твердом, слегка увлажненном состоянии, так и в водных растворах.

Для этой же цели применяют щелочной раствор таннина*. Для приготовления этого раствора 24 *г* таннина (галлотаннин или скумпиевый таннин) растворяют в 150 *мл* 17,5—18%-ного раствора KOH.

А. С. Садыков и А. Исмаилов (АН КазССР) предложили заменять пирогаллол госсиполом, получаемым из коры корней хлопчатника. По эффекту поглощения кислорода госсипол аналогичен пирогаллолу и поэтому с успехом может заменять последний.

Для связывания кислорода, растворенного в воде, иногда применяют сульфит натрия. Для этих же целей хорошие результаты дает применение гидразина.

Для очистки инертных и восстановительных газов от следов кислорода рекомендуется использовать промывалку, заполненную амальгамой алюминия. Применение амальгамы позволяет снизить содержание кислорода в пробе до ничтожно малого. Для этой цели используют также амальгамы магния и кальция. Для облегчения соприкосновения газа с амальгамой промывалку непрерывно встряхивают или используют магнитную мешалку.

Для отделения CO газовую смесь обычно пропускают через раствор $CuCl_2$, приготовляемый растворением 1 *г* Cu_2Cl_2 в 20%-ной HCl.

Окись углерода поглощают раствором $CuCl_2$. Для этого взбалтывают 200 *г* $CuCl_2$ с раствором 250 *г* NH_4Cl в 750 *мл* воды в закупоренной склянке, в которую потом вставляют доходящую до шейки медную спираль. Перед наполнением поглотительного сосуда 3 объема этого рас-

* Тургель Е. О., Труды ВНИИ нефтехимических процессов, вып. 5, 1962, стр. 80; РЖХим, **1963**, реф. 1Г76.

твора смешивают с 1 объемом водного раствора аммиака ($d_4^{20} = 0{,}903$). 1 *мл* этого раствора поглощает 16 *мл* CO.

Раствор следует часто менять, так как он может отдавать CO более бедному этим соединением газу. Он поглощает также кислород и применим лишь после предварительного удаления кислорода из газовой смеси.

Для поглощения CO из газовых смесей рекомендованы также аммиачные растворы однохлористой меди примерно следующего состава: Cu_2Cl_2 — 11—12 частей, NH_3 — 13—14 частей, вода — 74—76 частей, т. е. навеску Cu_2Cl_2 растворяют приблизительно в 90 *мл* раствора NH_3 ($d_4^{20} = 0{,}940$); 1 *мл* этого раствора поглощает 31 *мл* CO.

Для стабилизации раствора рекомендуется добавлять NH_4Cl в количестве 10% по массе от количества Cu_2Cl_2.

Аммиачные растворы Cu_2Cl_2 выделяют NH_3. Поэтому после прибора ставят газопромыватель с 86%-ной серной кислотой для поглощения аммиака. Следует отметить, что растворы однохлористой меди не полностью поглощают CO, и поэтому для абсорбции остатков CO газовую смесь необходимо пропускать через газовую пипетку с β-нафтолом.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О различных случаях применения стеклянных фильтров см. Красиков Е. С., Стеклянные фильтры в лабораторной практике, Зав. лаб., 7, № 8—9, 1045 (1938).

О пористых фильтрах из полиэтилена см. Knižak M., Chem. listy, **54**, № 4, 383 (1960); РЖХим, **1961**, № 9, 157, реф. 9Е57.

О простом фильтре для вакуум-фильтрации полумикрометодом см. Mitchell M. J., Chemist Analyst, **49**, № 1, 30 (1960); РЖХим, **1961**, № 9, 157, реф. 9Е54.

О приспособлении для ускорения фильтрования в лаборатории см. Feinstein H. J., Chem. Educ., **35**, № 10, 509 (1958); РЖХим, **1960**, № 5, 12, реф. 16435.

О стеклянных пористых фильтрах см. Czyżewski M., Pomiary, automat., kontrol., **7**, № 11, 476 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 22Е61.

Автоматический прибор для фильтрования в инертной атмосфере см. Lébl M., Chem. listy, **56**, № 7, 813 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 4Д58.

О поршневом стеклянном фильтре для низкотемпературного фильтрования см. Ferguson I. M., Chem. a. Ind., 1348, № 34, 1961; РЖХим, **1962**, реф. 8Е44.

О приборе для фильтрования при постоянной температуре см. Furst H., Chem. Techn., **5**, № 2, 78 (1953).

Об автоматизации процесса фильтрования см. Конев Ф. А., Колесников Н. А., Колесников Д. Г., Зав. лаб., 24, № 3, 375 (1958); Lébl M., Chem. listy, **53**, № 12, 1280 (1959); РЖХим, **1961**, № 1, 160 (60), реф. 1Е85.

Прибор для быстрого фильтрования описан в Lab. Sci., **12**, № 3, 92 (1964); РЖХим, **1965**, 19Д37.

Лабораторный дисковый вакуум-фильтр описал Тарутин В. П., Хим. и нефт. машиностр., № 12, 3 (1965); РЖХим, **1965**, 10Д96.

О воронке для ускоренного отделения осадков см. Чухланцев В. Г., Зав. лаб., **30**, № 1, 113 (1964); РЖХим, **1966**, 12Д60.

Новый прибор для фильтрования — фильтрующая центрифужная обойма — описан Stoerbach A., Kem. Tisl., **22**, 10, 745 (1965); РЖХим, **1966**, 13Д104.

О применении фильтров из стекловолокна в анализе воды см. Giebler G., Kempf T., Z. anal. Chem., **199**, № 1, 23 (1964); РЖХим, **1964**, 14Г53.

Прибор для фильтрования под давлением описал Maeiolek J. A., Limnolog. a. Oceanogr., 8, № 2, 301 (1963); РЖХим, **1964**, 15Д76.

Об ускорении фильтрования в химическом анализе см. Wolf G., Schreiterer R., Z. angew. Geol., **9**, № 12, 662 (1963); РЖХим, **1964**, 16Г4.

Прибор для фильтрования пульпы при отборе проб щелоков описал Jackson R. J., Lab. Pract., **13**, № 5, 422 (1964); РЖХим, **1964**, 24Д87.

Об удобной микронасадке для фильтрования см. Cooper P. D., Chem. Educ., **41**, № 2, 85 (1964); РЖХим, **1965**, 1Д71.

Прибор для фильтрования под давлением описал Коновалов Г. С., Зав. лаб., **30**, № 9, 1149 (1964); РЖХим, **1965**, 4Д62.

О фильтрующей способности различных сортов бумаги см. Houtman R. F., Ann. Occupat. Hyd., **4**, № 3—4, 301 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 20Е28.

О фильтровальной бумаге и других фильтрующих средах, используемых в лаборатории, см. Brinkman A. M., Chemie en techniek, **18**, № 4, 141 (1963); РЖХим, 1Д24.

Об аналитических фильтровальных бумагах см. Grüne A., Öster. Chem. Ztg., **64**, № 7, 206 (1963); РЖХим, **1964**, 5Г73.

О фильтрующих порошках см. Kemikalietacket, **23**, № 3, 63, 84 (1964); РЖХим, **1965**, 2Д82.

Об экспериментальном и теоретическом исследовании фильтрационного эффекта и о различной скорости фильтрования катионов и анионов см. Жариков В. А., Дюжикова Т. Н., Изв. АН СССР, Сер. геол., № 1, 41 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 13Г43.

О новых методах фильтрования см. Canal F., Lab. Sci., **3**, № 6, 161 (1955); РЖХим, **1956**, № 16, 306, реф. 51366.

Об ускорении фильтрования растворов, содержащих двуокись кремния, см. Проскурняков Г. Ф., Зав. лаб., **16**, № 3, 864 (1950).

О фильтровании труднофильтрующихся осадков см. Pietsch R., Mikrochim. Acta, № 4, 859 (1955); РЖХим, **1956**, № 6, 282, реф. 16539.

О фильтровании насыщенных горячих растворов под давлением в органической полумикро- и микротехнике см. РЖХим, **1964**, 11Д69.

О простом приборе для ультрафильтрации см. Burns D. A., Budna J. N., Chamberlin J. M., Sci., **138**, № 3537 (1962); РЖХим, **1963**, реф. ПД39.

О простом приборе для диализа и ультрафильтрации малых объемов см. Koês J., Chem. listy, **55**, № 10, 1229 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 6Е92.

Об ультрафильтрации см. Яндер Г., Заковский И., Мембранные, целла- и ультратонкие фильтры, Химтеоретиздат, 1937; Берль-Лунге, Химико-технические методы исследования, т. I, вып. 2, Химтеоретиздат, 1937, стр. 582.

Батарейная установка для ультрафильтрования золей описана в Укр. хим. ж., **20**, вып. 1, 31 (1954).

Об ультрафильтровании через мембрану из целлофана см. Lausen H. H., Acta pharmacol. et toxicol., **11**, № 4, 353 (1955); РЖХим, **1958**, № 5, 118, реф. 14282.

О применении ионитовых мембран и лабораторном способе их изготовления см. Мелешко В. П., Червинская О. В., Романов М. Н., Измайлов Д. Г., Сборник трудов Воронежского отд. ВХО им. Д. И. Менделеева, вып. 2, 1959, 169; РЖХим, **1963**, реф. 9Д73.

Об изготовлении мембран см. Carnell P. H., Cassidy H. S., J. Polymer Sci., **55**, № 161, 233 (1960); РЖХим, **1962**, реф. 18Б478.

О новом применении мембранных фильтров см. Schenermann E. A., Prakt. Chem. **14**, № 6, 244, 247 (1963); РЖХим, **1964**, 6Д73.

О мембранных фильтрах и ультрафильтрах см. Schenermann E. A., Prakt. Chem. Lab. und Betried, **15**, № 2, 51 (1964); РЖХим, **1964**, 16Д41.

О лабораторных центрифугах и их применении см. Oertal C., Chem. Techn., **14**, № 8, 476 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 11Д40.

О специальной лабораторной центрифуге, дающей возможность проводить центрифугирование в колбе, см. Терещенко П. Н., Антонов В. И., Зав. лаб., **24**, № 9, 1153 (1958).

О высокотемпературной лабораторной центрифуге см. Ванюков А. В., Уткин Н. И., Ремов В. А., Зав. лаб., **25**, № 2, 222 (1959).

Обзор об ультрацентрифугах см. Dagley S., J. Roy Inst. Chem., **84**, 382 (1960); РЖХим, **1961**, № 12, 171 (57), реф. 12Е67.

О поглотителях кислорода см. Халтурин А. И., Азербаев И. И., Изв. АН КазССР, Сер. хим., вып. 2 (14), 98 (1959).

О приспособлении для быстрого удаления кислорода из полярографируемых растворов (продувание азотом) см. Вайнштейн Г. М., Зав. лаб., **27**, № 4, 485 (1961).

Об установке для тонкой очистки инертных газов от кислорода и паров воды см. Грачев В. С., Кириллов П. Л., Атомная энергия, **6**, № 3, 327 (1959).

Об очистке газов см. Блаженова А. Н., Ильинская А. А., Рапопорт Ф. М., Анализ газов в химической промышленности, под ред. М. М. Файнберга, Госхимиздат, 1954.

О действии замораживания на свойства осадков гидратированных сульфидов см. Вольхин В. В., Кубарева А. Г., Изв. высш. уч. завед., Сер. химия и хим. техн., **7**, № 5, 725 (1964), РЖХим, **1965**, 10Г2.

Глава 12

ДИСТИЛЛЯЦИЯ

ОБЩИЕ ПОНЯТИЯ

При нагревании жидкости повышается ее температура и давление насыщенного пара. Повышение температуры и давления происходит до тех пор, пока давление пара не станет равным внешнему (атмосферному) давлению. При этом температура достигнет некоторого определенного значения (температуры кипения) и жидкость закипит.

Если взять ряд химически чистых жидкостей, например толуол, воду, спирт, эфир, то, кроме запаха, плотности и т. д., различие между ними может быть установлено также и по температуре кипения. Если нагревать все эти четыре жидкости в одинаковых условиях, то раньше всех закипает эфир, затем спирт, потом вода и, наконец, толуол. Каждая жидкость кипит при определенной температуре: эфир при 34,5 °С, спирт при 78 °С, вода при 100 °С, температура кипения толуола 111 °С.

Когда начинается кипение, повышение температуры жидкости прекращается*, несмотря на то что нагревание продолжается.

Определение температуры кипения может служить для определения чистоты вещества.

На температуру кипения жидкости прежде всего влияет давление. Если давление изменяется, то изменяется и температура кипения. Поэтому, когда говорят о нормальной температуре кипения жидкости, имеют в виду ту температуру, при которой жидкость кипит, находясь под нормальным давлением (одна атмосфера, или 760 *мм рт. ст.*). При уменьшении внешнего давления уменьшается и температура кипения жидкости. Наоборот,

* Если жидкость не является смесью различных веществ, имеющих разные температуры кипения.

если давление увеличивается, температура кипения повышается.

Этим свойством — изменением температуры кипения при уменьшении давления — пользуются очень часто, в особенности в лаборатории.

Некоторые вещества при нагревании их до температуры кипения при нормальном давлении разлагаются. Поэтому если такие вещества нужно перегнать (например, для очистки), то применяют перегонку под уменьшенным давлением, так называемую вакуум-перегонку. Как уже упоминалось, при уменьшении давления жидкость закипает при более низкой температуре и таким путем удается перегнать жидкость без ее разложения. В химических справочниках всегда указывают, при какой температуре и при каком давлении жидкость кипит. Если, например, в справочнике указано 118°/14, это значит, что данная жидкость при давлении 14 *мм рт. ст.* кипит при 118 °С.

Большое влияние на характер кипения жидкости оказывает растворенный в ней воздух. Еще около 170 лет тому назад физик де-Люк высказал предположение, что кипение жидкости происходит потому, что пузырьки пара образуются вокруг мельчайших пузырьков воздуха, растворенного в жидкости. Если эти пузырьки удалить тем или иным путем, то воду можно нагреть до 130 °С при обычном давлении и она не закипит. Но достаточно ввести пузырек воздуха — и вода сразу вскипает. Это очень хорошо заметно на дистиллированной воде. Нагреть дистиллированную воду до кипения много труднее, чем обыкновенную. Но если ее перед нагреванием взболтать, то кипение происходит легче. Точно так же, если в воду, из которой удален воздух, при нагревании внести какое-либо пористое твердое тело, например пемзу или кусочек неглазурованного фарфора, у поверхности их тотчас же начинается образование пузырьков пара и кипение будет происходить при соответствующей температуре. Это объясняется тем, что на поверхности этих твердых тел находится слой воздуха.

Такие твердые тела, вводимые для облегчения кипения, называют «кипелками». Их используют только один раз, и для каждой перегонки следует брать свежие «кипелки». Лучшим способом предупреждения толчков при кипении является введение в горло перегонной колбы

слоя (выше уровня жидкости) стеклянной ваты. Иногда к перегоняемой жидкости добавляют такие соединения, которые при нагревании разрушаются, выделяя неактивный газ. Примером таких соединений является двууглекислый натрий, при разложении которого вследствие нагревания выделяется двуокись углерода.

Естественно, что в качестве соединений, выделяющих неактивный газ, можно применять только такие вещества, продукты распада которых не действуют как-либо на перегоняемое вещество. Рекомендовано также применение кусочков материала, не смачиваемого перегоняемой жидкостью. Из таких материалов часто оказываются пригодными продукты полимеризации тетрафторэтилена. Они выдерживают нагревание до 200 °С.

Очень хорошо применять просто механическое перемешивание, которое легче и удобнее всего проводить при помощи магнитной мешалки.

При перегонке в вакууме наилучшим приемом предупреждения толчков является пропускание через жидкость инертного газа в виде мельчайших пузырьков.

Кроме того, для предотвращения толчков, сопровождающих кипение, было предложено вносить в жидкость диски из спрессованного стеклянного волокна. Они не загрязняют раствор и, двигаясь быстро под действием конвекционных токов, предотвращают образование перегретых участков, около которых образуется внезапное вскипание, вызывающее толчки.

Для предотвращения перегрева и связанной с этим задержки кипения используют также принцип перегрева в малом объеме. На дно стакана помещают часовое стекло выпусклостью вверх, а в круглодонную колбу — также часовое стекло выпуклостью вниз или диск. Между дном сосуда и часовым стеклом или диском создается зазор, и кипение происходит в этом зазоре.

Если жидкость нагревать до кипения и отводить образующиеся пары по трубке, то при охлаждении их на стенках начнется образование капель жидкости. Этими свойствами жидкости — кипеть с образованием паров — и способностью их при охлаждении конденсироваться пользуются для очистки жидкостей, применяя процесс дистилляции, или перегонки.

Перегонка является одним из способов очистки с целью получения химически чистого вещества.

Различают три способа перегонки жидкости: под обыкновенным давлением, под уменьшенным давлением и с водяным паром.

ПЕРЕГОНКА ПОД ОБЫКНОВЕННЫМ ДАВЛЕНИЕМ

В тех случаях, когда нагревание не сопровождается распадом вещества или когда перегоняемая жидкость имеет не слишком высокую температуру кипения, для очистки пользуются перегонкой под обыкновенным давлением. Для этой цели собирают прибор (рис. 415), состоящий из колбы Вюрца, холодильника и приемника.

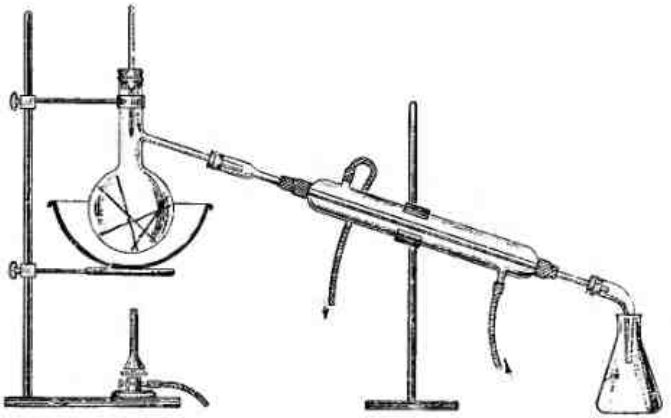


Рис. 415. Прибор для перегонки при обыкновенном давлении.

Колбу Вюрца выбирают таких размеров, чтобы подлежащая перегонке жидкость занимала не больше $^2/_3$ объема колбы. Колбу снабжают термометром, присоединяют к холодильнику и укрепляют лапкой на штативе. Под колбу подводят водяную или другую баню, или же кольцо с асбестированной сеткой, если жидкость можно нагревать на горелке.

Отводная трубка колбы должна входить в форштос холодильника не менее чем на 4—5 *см* (считая от пробки). Убедившись в надежном соединении колбы с холодильником и прочности крепления колбы, в горло ее вставляют воронку таких размеров, чтобы нижний конец ее был на

2—3 *см* ниже отводной трубки, вливают жидкость, подлежащую перегонке, и закрывают горло пробкой с термометром.

Когда весь прибор собран, тщательно проверяют, хорошо ли подобраны пробки и правильно ли стоит термометр. Только тогда подставляют приемник для дистиллята и начинают нагревание. При перегонке нужно стремиться к тому, чтобы не было сильно бурлящего кипения, так как капли жидкости могут попасть в отводную трубку и загрязнить дистиллят. Для создания равномерного кипения в колбу бросают несколько стеклянных капилляров, запаянных с одного конца. Приемником могут служить химические стаканы, конические колбы и другие сосуды.

Фракционной, или дробной, перегонкой называют такой способ ведения ее, когда из смеси жидкостей с различными температурами кипения выделяются некоторые отдельные компоненты.

Дробную перегонку ведут обязательно с применением дефлегматора. К круглодонной колбе соответствующей емкости подбирают пробку, в которой высверливают отверстие для дефлегматора. Затем к дефлегматору подбирают пробку для термометра и к холодильнику — для отводной трубки дефлегматора. Тот или иной дефлегматор выбирают с учетом свойств жидкостей, образующих смесь. Дефлегматор вставляют в колбу, поставленную на баню или на асбестированную сетку и прикрепленную лапкой к штативу. При помощи другой лапки дефлегматор также прикрепляют к штативу, затем его соединяют с холодильником и уже после этого вставляют в дефлегматор пробку с термометром.

Вместо дефлегматоров лучше пользоваться колонками полной конденсации, дающими возможность проводить более тонкое разделение жидкостей по температурам кипения.

Жидкость, подлежащую фракционированию (дробной перегонке), наливают в колбу или перед тем как вставят дефлегматор, или через дефлегматор после того, как последний соединен с холодильником. Прежде чем приступить к перегонке, необходимо подготовить нужное количество приемников, поставив на каждом из них восковым карандашом номер, затем подставляют приемники в порядке очередности. Одновременно следует вести запись

тех температур, в пределах которых собиралась данная фракция, например:

Фракция № 1 . . . . . 80—82 °С
» № 2 . . . . . 82—84 °С
» № 3 . . . . . 84—86 °С и т. д.

Если при перегонке замечаются какие-либо особенности, их также нужно отмечать в тетради против номера фракции.

Фракция № 1 . . . . 80—82 °С . . . . 25 *мл*
» № 3 . . . . 82—84 °С . . . . 32 *мл* и т. д.

В некоторых случаях вначале проводят грубое фракционирование, когда отдельные фракции собирают в пределах 5—10 °С, а затем эти фракции разгоняют отдельно, но уже в более узких температурных пределах.

Метод фракционной перегонки является весьма кропотливым и его применяют главным образом при точных работах.

Нужно отметить, что не все смеси жидкостей с отличающимися друг от друга температурами кипения можно разделить дробной перегонкой. Если, например, имеется смесь, состоящая из 7 частей этилового спирта и 93 частей бензола, температура кипения смеси будет 60 °С, несмотря на то, что спирт кипит при 78 °С, а бензол при 80 °С. Бывают смеси, которые имеют и более высокую температуру кипения, чем каждое из образующих их веществ. Например, вода кипит при 100 °С и хлористый водород при —84 °С. Смесь же их, образующая соляную кислоту и содержащая 20,2% хлористого водорода, кипит при 110 °С (при давлении 760 *мм рт. ст.*). Эти смеси нельзя разделить перегонкой, и они получили название н е р а з д е л ь н о к и п я щ и х с м е с е й, или а з е о т р о п н ы х с м е с е й.

Такие смеси в лабораторной практике встречаются довольно часто; в специальных справочниках имеются таблицы двойных и тройных азеотропных смесей с указанием температур кипения смесей и их процентного состава.

При работе с большими количествами диэтилового эфира нужно помнить, что *эфир может содержать перекисные соединения*; последние при отгонке эфира остаются на дне колбы и при накоплении *могут вызвать взрыв.*

Количество перекисных соединений в эфире может быть различным. Присутствие их можно обнаружить по образованию коричневого окрашивания при смешении подкалийкрахмального раствора с испытуемым эфиром.

Для отделения перекисных соединений в эфир добавляют подкисленный раствор $FeSO_4$ и оставляют стоять в течение суток, затем эфир отделяют и перегоняют над смесью $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ и NaOH, взятой в эквимолекулярном соотношении компонентов.

Очищенный таким образом эфир будет свободен от перекисных соединений и безопасен в работе.

Накопление перекисных соединений идет очень заметно, если эфир стоит на свету. Поэтому *эфир следует хранить в темном месте.*

Иногда одна перегонка, даже фракционированная, не дает нужной очистки продукта. В таких случаях часто совмещают перегонку с какой-либо химической обработкой. Например, в эфире могут быть в качестве примесей органические кислоты (уксусная, муравьиная), альдегиды, перекиси и ненасыщенные соединения. Наиболее простым способом очистки эфира от всех этих загрязнений, даже если они присутствуют одновременно, является следующий. К 500 *мл* эфира, содержащего примеси, добавляют 30 *мл* водного 12,5%-ного раствора $AgNO_3$ и затем 50 *мл* водного 4%-ного (1 н.) раствора NaOH. Смесь энергично перемешивают встряхиванием в течение 5—7 *мин*. После этого дают эфиру отстояться и отделяют водный слой. Работу нужно проводить в делительной воронке. Очищенный таким образом эфир подвергают перегонке.

Точно таким же приемом можно очистить и многие другие органические жидкости, кроме тех, которые могут диссоциировать с образованием ионов хлора.

Одним из интересных и простых приемов очистки эфира от перекисных соединений является адсорбционное фильтрование его через колонку, заполненную Al_2O_3.

Разберем случай очистки технического ацетона, который содержит (кроме воды) много различных примесей. Предварительно ацетон высушивают прокаленным хлористым кальцием в течение 24 *ч*, после чего отфильтровывают и переливают в колбу Вюрца соответствующих размеров или в круглодонную колбу, снабженную дефлегматором. Затем добавляют кристаллический марганцевокислый калий из расчета 8—10 *г* на 1 *л* и 1,5—2 *г* угле-

кислого натрия, кладут в колбу капилляры и начинают перегонку на водяной бане, придерживаясь тех мер предосторожности, о которых говорилось выше.

Если нужно получить сухой ацетон, к приемнику подбирают резиновую пробку с двумя отверстиями: одно — для хлоркальциевой трубки, другое — для суженного конца аллонжа, который в этом случае присоединяют на резиновой пробке к холодильнику. В приемник кладут небольшое количество прокаленного $CaCl_2$. Такое устройство достаточно предохраняет ацетон от поглощения воды из воздуха. Добавкой $KMnO_4$ и Na_2CO_3 достигают в (результате окисления) разрушения всех примесей, имеющихся в ацетоне, а находящийся в приемнике $CaCl_2$ поглощает образующуюся при окислении воду.

О перегонке под обыкновенным давлением необходимо запомнить следующее:

1. Прибор для перегонки должен быть собран правильно, красиво и аккуратно. *В местах соединений не должно быть неплотностей.*

2. *Нагревание огнеопасных жидкостей надо вести без огня, на* предварительно нагретой *водяной* или *иной бане.*

3. *Термометр должен быть помещен вдоль оси горла колбы* Вюрца и *не касаться стенок ее*; *резервуар термометра* должен находиться *на одном уровне с отводной трубкой или немного ниже ее.*

4. В колбу надо бросить 2—3 капилляра или какие-нибудь другие «кипелки».

5. *При обыкновенном давлении* можно *перегонять* только те вещества, которые при нагревании *не претерпевают* каких-либо изменений и *не разлагаются.*

ВАКУУМ-ПЕРЕГОНКА

(перегонка под уменьшенным давлением)

Вакуум-перегонку применяют в тех случаях, когда жидкость при нормальных условиях имеет слишком высокую температуру кипения или когда она при нагревании до высокой температуры подвергается разложению или изменению.

Различают два основных метода перегонки под уменьшенным давлением:

а) перегонка при умеренном вакууме, применяемая чаще всего и более подробно описанная дальше;

б) перегонка в высоком вакууме, применяемая для разгонки органических веществ, имеющих молекулярную массу до 1200, или для низкомолекулярных термических нестойких веществ.

Уменьшение температуры кипения жидкости и, следовательно, перегонки, достигаемое уменьшением давления, способствует сохранению химической индивидуальности перегоняемого вещества. Чем ниже вакуум, создаваемый внутри прибора, тем больше уверенности в том, что отделяемое вещество не будет изменяться химически, и тем ниже температура, при которой оно будет перегоняться.

Имеется много органических веществ, которые кипят около 350 °С при 760 *мм рт. ст.* с разложением, но перегоняются без изменения при 160—210 °С и 10 *мм рт. ст.*, или от 100 до 130 °С при 0,01 *мм рт. ст.*, или же от 40 до 60 °С при 0,0001 *мм рт. ст.*

Вакуум можно создать при помощи водоструйного насоса, достижимое разрежение с которым уже указывалось, или же при помощи специальных вакуум-насосов, создающих высокое разрежение.

Главным требованием при проведении вакуум-перегонки является полная герметичность аппаратуры. Поэтому наиболее удобно применять приборы, собранные на шлифах.

Перегонка при умеренном вакууме. Умеренный вакуум может быть достигнут при использовании обычного лабораторного водоструйного насоса (см. стр. 331). Прибор для перегонки под вакуумом (рис. 416) состоит из колбы Клайзена, снабженной капилляром и термометром; холодильника; приемника; манометра; стеклянного крана и предохранительной склянки Вульфа (между насосом и манометром).

В качестве соединительных применяют специальные вакуумные резиновые трубки, которые отличаются от обыкновенных тем, что имеются более толстые (2—3 *мм*) стенки. Наиболее часто в таких приборах применяют резиновые пробки, их полезно слегка смазывать касторовым маслом. Для разгонки при высоких температурах, когда резиновые пробки могут подвергаться термическому разложению, лучше пользоваться пробками из силиконового каучука или стеклянными шлифами, смазанными силиконовой смазкой.

При полумикрохимических работах часто применяют видоизмененную колбу Клайзена (рис. 417); особенность колбы заключается в том, что она не шаровидной, а яйце-

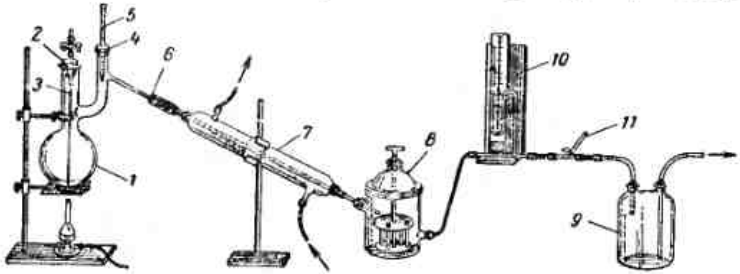


Рис. 416. Прибор для перегонки под вакуумом:
1 — колба Клайзена или Арбузова; *2, 4, 6* — пробки; *3* — капилляр; *5* — термометр; *7* — холодильник; *8* — приемник; *9* — предохранительная склянка; *10* — манометр; *11* —трехходовой кран.

видной формы и узкой своей частью обращена вниз. Такая форма способствует ускоренному нагреванию колбы.

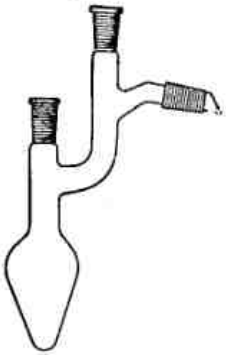


Рис. 417. Видоизмененная колба Клайзена.

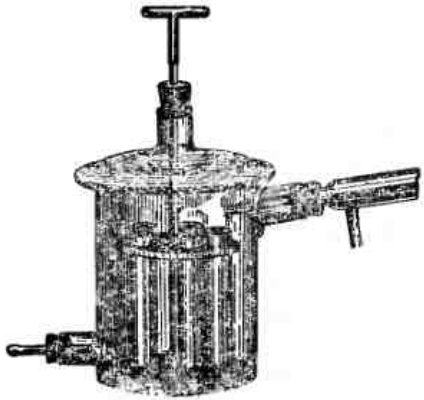


Рис. 418. Аппарат Брюля.

При надевании резиновых вакуумных трубок на стеклянные следует применять смазки, так как иначе можно сломать или трубку, или прибор (когда резиновую вакуумную трубку присоединяют к нему). В качестве смазок часто применяют глицерин, вазелиновое масло и пр.

Однако много удобнее пользоваться силиконовым маслом, так как при употреблении его резина не прилипает ни к стеклу, ни к металлу даже при длительном нагревании до 100 °С.

Приемником при вакуум-перегонке может служить аппарат Брюля (рис. 418), сосуд, изображенный на рис. 419, колба Вюрца и т. п.

Аппарат Брюля представляет собой толстостенный стеклянный цилиндр, снабженный хорошо притертой крышкой и двумя боковыми тубусами: верхним, через который проходит форштос холодильника, и нижним, который соединяется с манометром. Внутри цилиндра на специальной площадке со стержнем, выходящим через резиновую пробку в крышке, помещают несколько приемников в форме пробирок. Этим стержнем можно поворачивать всю площадку с приемниками, подставляя их поочередно под холодильник. Резиновая пробка в крышке должна быть хорошо смазана вазелином.

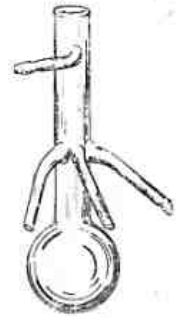


Рис. 419. Приемник при вакуум-перегонке.

Пробирки еще до начала работы нумеруют. В аппарат пробирки помещают по порядку номеров и перед перегонкой под форштос холодильника ставят пробирку № 1. При установке пробирок в аппарате нужно следить за тем, чтобы проставленные на них номера были обращены наружу.

Приемник (см. рис. 419), применяемый при вакуум-перегонке, представляет собой или круглодонную колбу, снабженную несколькими отростками, к которым присоединяют на резиновых пробках другие круглодонные колбы, или же широкую трубку с несколькими отростками, к которым также присоединяют колбы. У верхнего конца приемника имеется изогнутая трубка, служащая для соединения с насосом. Через эту трубку воздух отсасывают из прибора.

При перегонке без фракционирования можно применять колбу Вюрца. В этом случае холодильник вставляют в горло колбы Вюрца так, чтобы конец его был ниже боковой отводной трубки, к которой присоединяют манометр и вакуум-насос. Нужно брать приемники с возмож-

но меньшим количеством соединений, стремясь, где это можно, пробки заменять стеклянными шлифами.

Для измерения разрежения при вакуум-перегонке служит ртутный манометр (рис. 420), который включают в прибор между приемником и предохранительной склянкой водоструйного насоса. Ртутный манометр представляет собой дважды изогнутую стеклянную трубку, один конец которой запаян, а другой открыт; запаянная трубка соединена с открытым коленом капилляра. Откры-

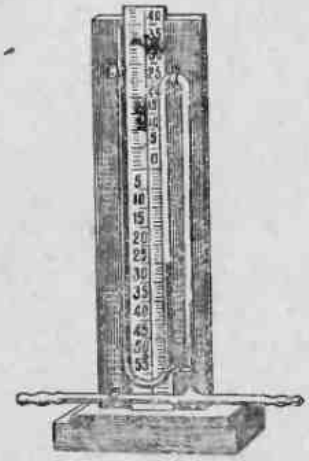


Рис. 420. Манометр ртутный (вакуумметр).

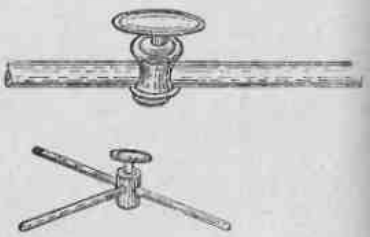


Рис. 421. Краны двух- и трехходовой.

тый конец манометра часто имеет вид тройника. Один конец этого тройника присоединяют к прибору, а другой — через стеклянный кран, лучше трехходовой (рис. 421), к предохранительной склянке насоса. В тех случаях, когда манометр не имеет тройника, открытый конец его присоединяют к концу стеклянного тройника, остальные концы которого соединяют с прибором и насосом (см. рис. 416).

Непременным условием правильной работы ртутного манометра и получения верных результатов является отсутствие в запаянном колене каких бы то ни было следов воздуха и механических загрязнений. Новый манометр нужно внимательно осмотреть. Если в нем будет обнаружен пузырек воздуха, его необходимо удалить. Это легче всего сделать таким образом.

Соединяют манометр с вакуум-насосом (например, водоструйным) и кладут первый так, чтобы капилляр был немного выше, чем запаянный конец колена. Потом начинают откачивать воздух, стремясь получить как можно большее разрежение. Затем очень медленно и осторожно приводят манометр в нормальное положение. Через некоторое время ртуть оторвется от запаянного конца, пузырек же вытолкнется и ртуть в обоих коленах соединится. Иногда такую операцию приходится повторять несколько раз, прежде чем удается удалить пузырек.

Очень внимательно нужно осматривать уже работавшие манометры, так как иногда в капилляр или запаянное колено вместе с ртутью проникают и пузырьки воздуха. Это случается при неосторожной работе, когда, по окончании перегонки, в аппарат впускают воздух, сразу полностью открыв кран. При обнаружении пузырьков воздуха в работавшем манометре его отделяют от подставки и стремятся удалить воздух по описанному выше способу. Если пузырек воздуха таким путем не удалится, то это указывает на загрязнение внутренних стенок манометра. Тогда нужно вскрыть запаянное колено, хорошо промыть и вычистить манометр, снова запаять его и только после этого заполнять ртутью, которую следует также предварительно очистить самым тщательным образом. Наполнение манометра ртутью является очень трудной операцией и ее лучше поручать специалисту.

Манометр снабжен подвижной шкалой, посредине которой находится нуль, а от него вверх и вниз идут деления. Эта шкала служит для измерения давления в миллиметрах ртутного столба. Нулевое деление ставят на уровне ртути в открытом колене, и число, стоящее против уровня ртути в другом колене (запаянном), показывает давление в приборе.

Когда прибор для вакуум-перегонки собран на пробках, а не на шлифах, необходимо проверить его герметичность, т. е. посмотреть, создается ли в приборе нужное разрежение. Если разрежение не достигается, проверяют все места соединений, более плотно вставляют пробки, более глубоко надевают резиновые трубки и т. д. Если же и это не достигает цели, то как крайнюю меру можно рекомендовать замазать соединения.

Замазывать можно вазелином или заливать парафином, лаками и т. д. Хорошие результаты дает замазка, состоящая из 70 ч. вазелина и 30 ч. парафина. Оба этих вещества смешивают при нагревании, и остывшую замазку применяют для работы. Можно рекомендовать также сплав воска с канифолью, который используется только в расплавленном виде. Соотношение между воском и канифолью обычно около 1 : 1, но его можно менять по желанию. Перед заливкой замазку расплавляют в металлической ложке и из нее уже заливают места соединений. Замазка плавится около 55 °С и затвердевает около 45—47 °С. Можно пользоваться для этой цели и другими замазками (см. гл. 26 «Некоторые полезные рецепты»).

Хотя замазывание мест соединения и достигает цели, но к нему следует прибегать только в крайнем случае. Вообще же нужно стремиться тщательно подгонять пробки, применяя только такие, которые дают плотное соединение. Поэтому важно сохранять однажды подобранные к прибору пробки.

Когда перегонка закончена, прежде всего прекращают нагревание. Затем закрывают стеклянный кран, идущий к насосу. После этого несколько приоткрывают винтовой зажим, который зажимает резиновую трубку на капиллярной трубке колбы Клайзена, и дают воздуху проникнуть внутрь прибора. Силу просасывания воздуха контролируют по поступлению его в колбу Клайзена и по манометру, причем ртуть должна медленно переходить из открытого колена в закрытое. Если впустить сразу много воздуха, ртуть может пробить запаянное колено, и манометр выйдет из строя; кроме того, возможно разбрызгивание остатков жидкости в перегонной колбе и загрязнение ими дистиллята. Когда поступление воздуха полностью прекратится и манометр придет в свое нормальное положение, можно приступить к разборке аппарата. Прежде всего отнимают приемник, затем колбу Клайзена. Из колбы осторожно вынимают сначала термометр, а затем капилляр.

Для создания вакуума, кроме водоструйного насоса, иногда применяют масляные вакуум-насосы (см. рис. 314). При помощи этих насосов можно получить более высокую степень разрежения по сравнению с разрежением, создаваемым водоструйными насосами. Они работают от мотора, занимают мало места и удобны в обращении. Нужно только следить за тем, чтобы в них всегда было масло, и время от времени проверять их.

При работе с органическими веществами пары их неизбежно поглощаются маслом и загрязняют его, поэтому необходимо периодически менять масло. Частота смены масла зависит от того, как долго работает насос. Если работа проводится ежедневно и подолгу, масло меняют приблизительно через каждые 15—20 дней. Если же работа проводится редко или ежедневно, но не долго, то менять масло можно через 1,5—2 месяца. Целесообразно перед насосом поставить поглотительные колонки с активированным углем и натронной известью. Поглотители следует менять по мере необходимости; масло при этом сохраняется чистым значительно дольше.

Эти масляные вакуум-насосы можно применять также и при фильтровании. При некоторой переделке их можно превратить в нагнетательные насосы.

Перегонка при высоком вакууме (молекулярная, или прямая, перегонка). Обычная вакуум-перегонка, когда разрежение создается водоструйным насосом, производится при относительно невысоком вакууме, порядка 5—10 *мм рт. ст.* Однако имеется много веществ, перегонка которых протекает с разложением даже при таком вакууме. В этих случаях применяют молекулярную перегонку. Она представляет собой процесс разделения преимущественно жидких смесей путем свободного испарения в вакууме порядка 10^{-3}—10^{-4} *мм рт. ст.* при температуре, значительно ниже их температуры разложения. Указанный процесс проводится, если поверхности испарения и конденсации расположены на расстоянии, меньшем длины свободного пробега молекул перегоняемого вещества (20—30 *мм*). Как изменяется средняя свободная длина пробега молекул в зависимости от давления видно из следующего примера:

Молекулярный вес	Давление *мм рт. ст.*	Средняя длина свободного пробега *мм*
800	$3 \cdot 10^{-3}$	25
	$1 \cdot 10^{-3}$	50

Метод молекулярной, или прямой, перегонки приобретает особенную важность при работе с высококипящими веществами, чувствительными к нагреванию, т. е. терми-

чески нестойкими, легко распадающимися еще до достижения температуры кипения. Для перегонки неорганических веществ этот метод используется редко.

Молекулярная перегонка позволяет осуществлять только два процесса: очистку веществ и отделение их от нелетучих примесей смолистого характера.

Для проведения указанной перегонки предложено много различных аппаратов, как одноступенчатых, так и многоступенчатых. В основе работы многих приборов для молекулярной перегонки лежит принцип пленочного испарения, когда очищаемое вещество поступает в виде пленки толщиной от 0,1 до 1 *мм*. Такой прием наиболее удачен. Испарение с поверхности пленки, как уже указывалось, происходит быстрее, чем из массы, и находится в обратной зависимости от толщины пленки. Кроме того, пленку в случае необходимости легче нагревать и выдерживать при нужной температуре. Полученные фракции можно подвергнуть повторной перегонке с целью получения более тщательно очищенного продукта.

Вакуум порядка 10^{-3}—10^{-5} *мм рт. ст.* достигается при помощи двухступенчатого масляно-диффузионного насоса, составляющего часть прибора и присоединяемого к масляно-воздушному насосу, желательно также двухступенчатому. Масляно-диффузионный насос имеет приспособление для нагревания электричеством.

Производительность установок или приборов для молекулярной или прямой перегонки редко бывает выше 10—20 *см*^{3}*/ч*.

Одним из удачных приборов для молекулярной перегонки является испаритель, показанный на рис. 422. При работе с любым прибором для молекулярной перегонки прежде всего следует освободить перегоняемое вещество от растворенных в нем газов и легколетучих веществ. Если этого не сделать, может произойти вспенивание, что затруднит перегонку или сделает ее совершенно невозможной. В некоторых установках приспособление для удаления газа сконструировано наподобие теплообменника, в который вводят вещество через капельную воронку или капилляр.

На рис. 423 показан лабораторный аппарат, с помощью которого повышение избирательности достигается многократным испарением. Аппарат медленно вращается по оси симметрии. Вещество, находящееся в зоне *2*, при

этом полностью испаряется. После конденсации в первом участке холодильника оно попадает во второй участок испарителя. Этот процесс повторяется до тех пор, пока дистиллят соберется в зоне *7*.

Для получения нескольких фракций приборы для молекулярной дистилляции иногда устраиваются так, что остаток от одной дистилляции подвергается еще раз перегонке при более высокой температуре. Чтобы осуществить этот процесс, в прибор встраивают циркуляционный насос, с помощью которого остаток можно вновь перекачать вверх. На рис. 424 показан прибор, в котором процесс повторяется в результате того, что аппарат в необходимый момент переворачивается. Этот процесс можно повторять многократно. При другом методе несколько испарителей помещают один за другим, причем остаток переходит от аппарата к аппарату и подвергается воздействию более высокой температуры перегонки.

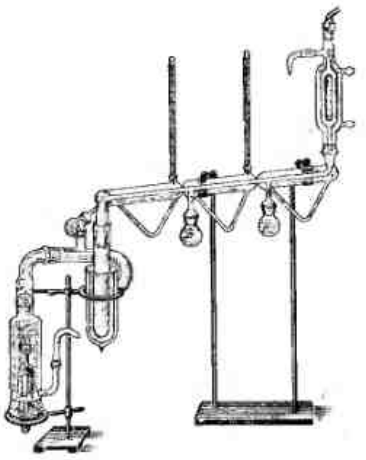


Рис. 422. Испаритель для молекулярной перегонки.

О перегонке под вакуумом нужно помнить следующее:

1. Собирая прибор, *надо хорошо подобрать пробки, обязательно резиновые*. Убедившись, что прибор собран пра-

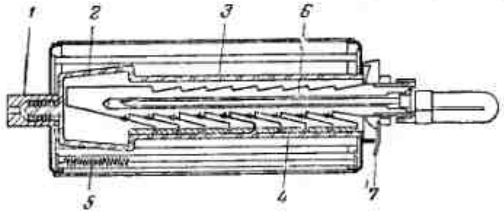


Рис. 423. Десятиступенчатый прибор для молекулярной перегонки:

1 — сцепление с приводным мотором; *2* — место поступления продукта; *3* — испаритель; *4* — разделитель; *5* — лучевой нагреватель; *6* — десятиступенчатый конденсатор; *7* — место выхода продукта.

вильно, надо вымыть отдельные части его (колбу, холодильник и приемники), тщательно высушить и вновь собрать окончательно.

2. *Прежде чем нагревать колбу Клайзена, следует проверить, какое разрежение получается при работе вакуум-насоса.* Если будет замечено, что ртуть в запаянном колене манометра не опускается или не удается достигнуть нужного разрежения, *проверяют места соединений* и уплотняют те из них, через которые проходит воздух.



Рис. 424. Прибор для молекулярной перегонки.

3. *Температуру надо поднимать медленно.* Чем медленнее идет перегонка, тем лучше. В приемник должно капать не больше одной капли в секунду, лучше — даже реже.

4. *По окончании перегонки отключают прибор от вакуум-насоса.* Затем *очень осторожно и возможно медленнее впускают воздух.* При этом следует наблюдать за манометром. Ртуть в левом колене должна подниматься медленно. Когда она заполнит все колено, воздух можно впускать смелее, но не сразу.

5. При разборке прибора *прежде всего отделяют приемник*, а затем колбу Клайзена; из последней *сразу же вынимают термометр и капилляр.*

6. При фракционной перегонке нельзя путать фракции.

7. Если работа ведется с дефлегматором, надо быть осторожным, чтобы не сломать его.

8. За работой масляного вакуум-насоса нужно постоянно следить.

ПЕРЕГОНКА С ВОДЯНЫМ ПАРОМ

Перегонка с водяным паром имеет преимущество перед обычной перегонкой в том, что она может быть избирательной, так как одни нерастворимые вещества перегоняются с паром, другие не перегоняются, некоторые же

из веществ перегоняются настолько медленно, что представляется возможным провести четкое разделение их. Эти особенности и преимущества перегонки с водяным паром позволяют, например, разгонять природные масла и смолы на фракции, одни из которых перегоняются с водяным паром, а другие — нет.

Используя перегонку с водяным паром, можно регенерировать нелетучие твердые вещества из их растворов в высококипящих растворителях, таких, например, как

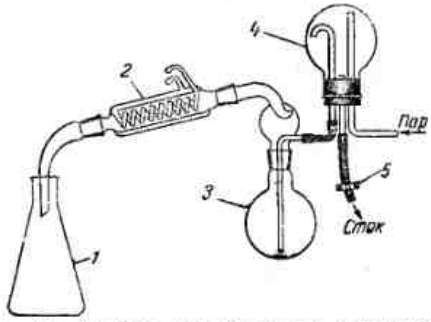


Рис. 425. Прибор для перегонки с водяным паром:

1 — приемник; *2* — холодильник с двойным охлаждением (внутренним и наружным); *3* — колба с насадкой для перегонки с паром; *4* — водоотделитель; *5* — сток в канализацию.



Рис. 426. Парообразователь.

нитробензол (темп. кип. 210 °С). Вещества, нелетучие с водяным паром, можно очистить от следов растворителей при сравнительно низкой температуре описанным выше приемом.

Для проведения этой операции собирают аппарат (рис. 425), состоящий из парообразователя (паровичка), водоотделителя, перегонной колбы, холодильника и приемника.

Парообразователем, который называют также и паровичком, служит обычно металлический сосуд (рис. 426). Он имеет водомерную трубку, пароотводную трубку и горло. Паровичок заполняют водой приблизительно на $^2/_3$—$^1/_2$ его объема. В горло вставляют пробку, снабженную стеклянной трубкой, один конец которой опускают почти до дна паровичка, а другой выходит наружу. Длина наружного конца трубки должна быть не менее 50 *см*. Назначение этой трубки — предохранить

от резкого повышения давления, вызываемого сильным нагреванием. Как только давление повысится, вода поднимется по этой трубке и может даже выброситься наружу; в этом случае огонь следует убавить. Нагревают паровичок без сетки. Пароотводная трубка соединяется резиновой трубкой с перегонной колбой.

Недостатком обычных паровичков является то, что в них время от времени надо добавлять свежую воду. При длительных работах это представляет неудобство, так как для добавления воды нужно прекращать перегонку, отъединять паровичок и затем снова собирать всю систему. Более удобны лабораторные парообразователи непрерывного действия.

Если в лаборатории нет описанного паровичка, его можно изготовить, использовав для этой цели жестяной или из оцинкованного железа бидон. В его горло вставляют пробку с двумя отверстиями: одно — для предохранительной трубки, другое — для пароотводной. В качестве парообразователя может быть также использована круглодонная колба емкостью не менее 1,5—2 *л*.

Пробку во всех случаях следует привязывать к горлу.

Пар, поступающий из паровичка, очень влажен, и перегонная колба может быстро заполниться водой, поэтому необходимо применять водоотделитель или брызгоуловитель. Из предложенных для этой цели приспособлений укажем на простейшие, которые легче всего изготовить в лаборатории. В приборе, приведенном на рис. 426, водоотделителем служит низкогорлая колба емкостью 250 *мл*. В горло колбы вставляют резиновую пробку с тремя отверстиями, в которые вставляют трубки: для подачи влажного пара из паровичка, для отвода обезвоженного пара в перегонную колбу и для периодического спускания накопившейся в колбе воды. Спуск проводят, открывая зажим на резиновой трубке, надетой на стеклянную водосливную трубку.

На рис. 427 показан водоотделитель, изготовленный из аллонжа подходящего размера. Устройство приспособления видно из рисунка и не требует особых пояснений.

В качестве перегонной колбы можно применять или колбу Вюрца (соответствующих размеров), или же обычную круглодонную колбу.

В горло колбы Вюрца вставляют хорошо пригнанную пробку, через которую проходит стеклянная трубка;

нижний конец ее доходит почти до дна, а верхний изогнут под прямым углом и служит для соединения посредством резиновой трубки с парообразователем.

Если в качестве перегонной колбы взята обычная круглодонная колба, в пробке просверливают два отверстия: одно для трубки, соединенной с паровичком и доходящей почти до дна колбы, другое — для пароотводной трубки, изогнутой под острым углом. Пароотводная трубка соединяется с холодильником. Смесь, подлежащую перегонке, наливают в колбу не больше чем на половину ее объема; перед перегонкой ее подогревают.

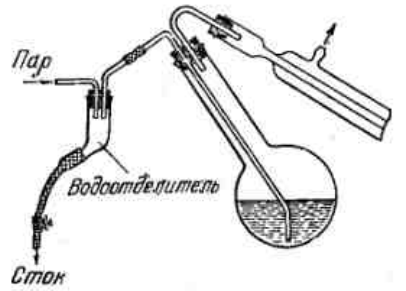


Рис. 427. Водоотделитель из аллонжа.

На конец холодильника (см. рис. 427) насаживают аллонж (стр. 70). Приемником могут служить стакан, колба, мерный цилиндр и т. д.

Вначале паровичок отъединяют от перегонной колбы и нагревают. Когда начнется кипение, паровичок соединяют резиновой трубкой с перегонной колбой. Последнюю, как уже указывалось, перед перегонкой нагревают почти до кипения жидкости. Это необходимо потому, что в противном случае пары воды, поступающие в перегонную колбу, будут охлаждаться и конденсироваться, увеличивая объем жидкости. Если же смесь предварительно нагреть, то перегонка начинается сразу же и объем жидкости почти не изменяется. Это подогревание нужно продолжать во все время перегонки. В приемник будет поступать эмульсия, которая при стоянии расслоится, и нужное вещество (в зависимости, от его плотности) будет собираться в виде слоя сверху или снизу.

В некоторых случаях, например при перегонке с водяным паром эфирных масел или аналогичных веществ, в качестве приемника применяют так называемую флорентинскую склянку (рис. 428). Принцип ее устройства очень прост. При перегонке с водяным паром дистиллят, содержащий масло, через воронку стекает в склянку. По мере накопления дистиллята происходит отделение воды от масла, собирающегося сверху заметным слоем. Когда этот слой дойдет до уровня верхней трубки, масло будет стекать по ней в поставленный приемник, а перегонные воды будут удаляться через нижнюю

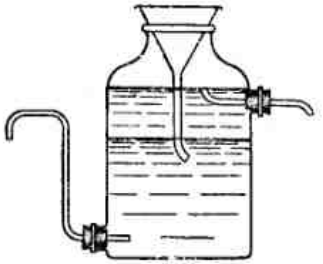


Рис. 428. Флорентинская склянка для отделения жидкостей с плотностью меньшей, чем плотность воды.

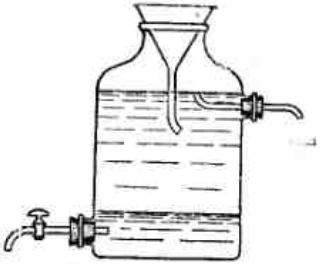


Рис. 429. Флорентинская склянка для отделения жидкостей с плотностью большей, чем плотность воды.

трубку. Необходимо лишь, чтобы при монтировании прибора обе сливные трубки находились на определенном уровне, при котором в верхнюю трубку не попадали бы перегонные воды.

Кроме флорентинских склянок, предназначенных для жидких веществ с плотностью меньшей, чем у воды, имеются и такие, которые предназначены для веществ с плотностью большей, чем у воды (рис. 429).

Перегонку заканчивают, когда из холодильника начнет поступать чистая вода.

В некоторых случаях перегонку нужно проводить перегретым паром. Тогда между паровичком и перегонной колбой ставят так называемые пароперегреватели (см. стр. 222).

Когда перегонка закончена, отделяют перегонную колбу от парообразователя и затем гасят горелки. Если

этого не сделать, то при охлаждении парообразователя в нем создается вакуум и жидкость из перегонной колбы может проникнуть в паровичок.

Соединение и разъединение паровичка с перегонной колбой сопряжены с возможностью ожога. Для предупреждения этого можно соответствующим образом оборудовать пробку паровика (рис. 430). В некоторых случаях, кроме предохранительной и отводной трубки, в пробку вставляют еще третью трубку (рис. 430, *а*). Она входит в паровичок на 1—2 *см* от нижнего основания пробки; на наружный конец ее надевают резиновую трубку, закрывающуюся зажимом Мора или Гофмана. Перед началом перегонки эта трубка должна быть открыта. Когда вода начнет кипеть, трубку закрывают. После окончания перегонки, до разъединения прибора, трубку вновь открывают. Таким образом давление во всем приборе уравнивается и исключается опасность перебрасывания жидкости из перегонной колбы. Иногда пробку паровичка оборудуют так, как показано на рис. 430, *б*.



Рис. 430. Схема оборудования пробки паровичка.

При пользовании прибором типа, приведенного на рис. 425, после окончания перегонки можно просто открыть зажим, имеющийся на сточной резиновой трубке водоотделителя. Тогда пар в колбу уже не пойдет, и опасность переброски жидкости из перегонной колбы будет предотвращена.

Перегон, состоящий из двух слоев, разделяют при помощи делительной воронки. Перелив в нее перегон, дают постоять ему некоторое время, пока не произойдет расслоение. Затем, открыв пробку, осторожно поворачивают кран и дают стечь нижнему слою жидкости в какой-нибудь сосуд. Как только верхний слой дойдет до крана, последний сразу закрывают. Дают воронке постоять некоторое время (5—10 *мин*), в результате чего на дне ее может собраться еще некоторое количество жидкости с большей плотностью, ее снова выпускают через кран. Иногда эту операцию приходится повторять два-три раза. После это-

го жидкость, находящуюся в воронке, выливают через верхнее отверстие в тот или иной сосуд.

Иногда случается, что полное расслоение не происходит даже по истечении длительного времени и некоторое количество отделяемого вещества остается в воде в виде тонкой эмульсии. Тогда, после отделения главной массы вещества, наливают воду в делительную воронку и остаток вещества экстрагируют из воды каким-либо растворителем (например, эфиром). После этого отделяют эфирный слой, отгоняют эфир и добавляют полученное вещество к основной его массе.

В тех случаях, когда плотность отделяемого вещества меньше 1, для разрушения стойких эмульсий можно добавлять к воде поваренную соль до образования насыщенного раствора. При этом плотность водного раствора увеличивается до 1,2 и таким путем создается большая разность плотностей разделяемых жидкостей, что способствует более быстрому их разделению.

Необходимо при этом помнить, что жидкость с плотностью большей, чем единица (и меньшей 1,2), будут тонуть в чистой воде и всплывать в насыщенном растворе поваренной соли. Начинающие работники часто не обращают на это внимания и принимают водный слой за отделяемую жидкость.

В случае жидкостей с плотностью больше единицы высаливание может даже увеличить стойкость эмульсий.

Относительно уменьшения растворимости веществ в водном растворе соли см. гл. 13 «Экстракция».

При высаливании для разрушения эмульсий нужно применять очищенную, а не техническую поваренную соль. Последняя содержит некоторые загрязнения, способствующие образованию стойких эмульсий.

Перегонять с водяным паром можно не только жидкие вещества, но и кристаллические. При перегонке таких веществ с водяным паром нужно внимательно следить, чтобы форштос холодильника не слишком забивался кристаллами, выделяющимися при охлаждении паров. Если это случилось, очистить холодильник от кристаллов можно двумя способами. Во-первых, длинной проволокой со стороны приемника. Предварительно нужно заготовить кусок чистой проволоки длиной, на 10—15 *см* превышающей длину форштоса. Тот конец проволоки, который вводят в холодильник, следует загнуть. Это делают не только

для удобства, но и в целях предохранения форштоса от царапин. Во-вторых, можно временно прекратить пропускание воды через холодильник. Однако это возможно только тогда, когда температура плавления вещества менее 100 °С. Если форштос холодильника забился кристаллами высокоплавкого вещества, после окончания перегонки через него пропускают органический растворитель. Получаемый раствор собирают, а затем отгоняют растворитель.

В ряде случаев имеет смысл применять холодильник Либиха с возможно широким форштосом или вместо холодильника использовать охлаждаемую водой колбу, в которую поступают пары из перегонной колбы. Эта колба должна быть большей емкостью, чем перегонная.

Конец перегонки определяют по прекращению образования новых кристаллов на стенках холодильника; оставшиеся кристаллы смывают паром, для этого после окончания перегонки пропускают пар через холодильник еще в течение нескольких минут.

Когда в форштосе холодильника не останется кристаллов, приемник с перегоном полезно охладить в снегу или иным путем, чтобы ускорить выделение кристаллов. После этого жидкость фильтруют, а кристаллы сушат на фильтровальной бумаге или отжимают на шамотной пористой тарелке.

Если кристаллическое вещество частично растворимо в воде, то после отделения кристаллов перегон выливают в делительную воронку соответствующей емкости и добавляют подходящий органический растворитель. Полученный экстракт обрабатывают, как обычно.

СУБЛИМАЦИЯ ИЛИ ВОЗГОНКА

Некоторые твердые неорганические и органические вещества обладают способностью при нагревании испаряться, не плавясь. При охлаждении паров таких веществ они переходят из газообразного в твердое состояние, минуя жидкую фазу. Этим свойством пользуются для очистки веществ. Сама операция называется в о з г о н к о й, или с у б л и м а ц и е й.

Сублимацию, как и перегонку, можно проводить при обычном давлении или при уменьшении давления (вакуум-сублимация). Ниже рассматриваются случаи сублимации только при обычном давлении.

Из веществ, которые можно очистить сублимацией, следует назвать: иод, серу, окиси мышьяка, хлористый аммоний и др.

В лабораториях чаще всего приходится возгонять иод. Устройство для возгонки небольших количеств вещества очень простое. Это — тонкостенный стакан, поставленный на песочную баню так, чтобы дно его было погружено в песок на 1—2 *см*. Стакан сверху накрывают часовым стеклом, причем выпуклая сторона его должна быть обращена внутрь стакана (рис. 431). При осторожном нагревании иод возгоняется и на часовом стекле собираются игольчатые кристаллы.

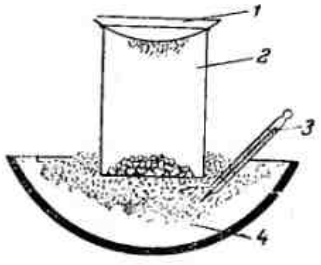


Рис. 431. Простейшее устройство для возгонки:
1 — часовое стекло; *2* — стакан; *3* — термометр; *4* — песочная баня.

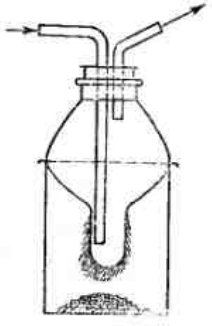


Рис. 432. Прибор для возгонки.

Технический иод перед возгонкой следует смешать с KI и CaO. Обычно на 6 частей продажного иода следует брать 1 часть KI и 2 части CaO, затем смесь растирают и сублимируют.

Иногда, для улучшения охлаждения, на часовое стекло наливают холодную воду или кладут небольшие кусочки льда.

Значительно удобнее работать с аппаратом, устроенным по типу холодильников, т. е. с постоянным током холодной воды. Один из аппаратов такого типа изображен на рис. 432.

Одну трубку прибора присоединяют к водопроводному крану, а другая трубка служит для отвода воды; на нее следует надеть резиновую трубку и отвести ее к раковине или водосливу. Ток воды устанавливают не очень сильный.

Обычно иод для надежности возгоняют дважды. После вторичной возгонки препарат получается очень чистым, если его не загрязнить при снимании кристаллов со стекла. Кристаллы иода снимать при помощи металлического шпателя или ножа нельзя, так как иод взаимодействует с большинством металлов. Возогнанный иод с часового стекла или с аппарата для возгонки следует счищать стеклянной лопаточкой.

Аналогичным образом можно возогнать и другие вещества, упомянутые выше.

Очень удобный прибор для возгонки иода изображен на рис. 433. Нагревание в нем проводят при помощи электрической лампы накаливания мощностью около 100 *вт*. Эту лампу *2* вставляют в трубку *1* из асбоцемента или фарфора. В открытый конец трубки вставляют тонкостенный химический стакан *3*, на дно которого помещают нужное количество иода, подлежащего очистке. Стакан закрывают специальной колбой-холодильником *4*. Холодная вода поступает в левую трубку колбы и выходит через правую.

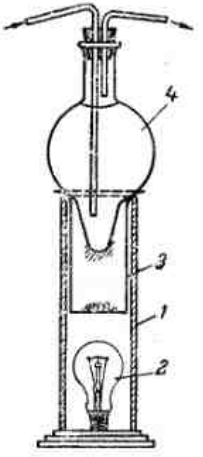


Рис. 433. Прибор для возгонки иода:
1 — трубка из фарфора; *2* — лампа; *3* — стакан; *4* — колба-холодильник.

При необходимости возогнать большое количество какого-либо вещества аппаратуру соответствующим образом изменяют. Обычно в пособиях по препаративной химии приводится описание аппаратов для каждого отдельного случая.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Более подробно о перегонке см. Крель Э., Руководство по лабораторной ректификации, Издатинлит, 1960; Перегонка, Сборник под ред. А. Вайсбергера, Издатинлит, 1954; Розенгарт М. И., Техника лабораторной перегонки и ректификации, Госхимиздат, 1951; Юрьев Ю. К., Практические работы по органической химии, вып. 11, Изд. МГУ, 1957.

О дистилляции в шариковом холодильнике см. Steiner K., Studer H., Glas- u. Instr.- Techn., **5**, № 6, 201—202, 204 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 2Е86.

Об автоматическом устройстве для фракционной дистилляции см. Чжоу Жуй-кан, Shiyeu lianzhi, № 13, 12 (1959); РЖХим, 1960, № 19, 163, реф. 77204.

О полностью автоматизированной лабораторной установке фракционной дистилляции см. Collerson R., Grant D., Chem. a. Ind., № 2, 74 (1963).

О приспособлении для впуска воздуха в систему при вакуумной дистилляции см. Walker I. R. L., Lab. Pract., 11, № 3, 210 (1962); РЖХим, 1962, реф. 18Е38.

Об эффективном аппарате для перегонки миллиграммовых количеств высококипящих материалов см. Blumer M., Analyst.-Chem., 34, № 6, 704 (1962); РЖХим, 1962, реф. 22Е57.

О приборе для перегонки в глубоком вакууме веществ с высокими температурами плавления см. Петрик Г. К., Вощакина В. А., Сарымсаков Ш., Изв. АН КиргССР, Сер. естеств. наук и техн., 3, № 2, 101 (1961); РЖХим, 1962, 6Е90.

Многоступенчатая колонна для молекулярной дистилляции с вращающимся ротором см. Мамосов В. А., Умник Н. Н., Глазунов Д. Н., Зав. лаб., 28, № 6, 752 (1962); РЖХим, 1963, реф. 5Д51.

Дистилляция с водяным паром через ионообменник описана Lakota V., Chem. Prům., 16, № 2, 78 (1966); РЖХим, 1966, 15Д55.

Об аппаратуре для перегонки с водяным паром см. Mallory F. B., Chem. Educ., 42, № 2, 108 (1965); РЖХим, 1965, 16А59.

О целесообразном проектировании элементов лабораторных и опытных дистилляторов см. Stade H., Gemmeker L., Glas- u. Instr.-Techn., 7, № 11, 606, 610 (1963); РЖХим, 1964, 12Д54.

Об аппаратуре для микро- и полумикроперегонки в лаборатории см. Stoge H., Gemmeker L., Chem. Labor. und Betrieb, 15, 177 (1964); РЖХим, 1965, 2Д88, 10Д65; 11Д76.

Об очистке эфира см. Chem. Ztg., 51, 981 (1927); Houben-Weil (Ed.), Methoden der organischen Chemie, 3-е изд., т. 2, 1930, стр. 512.

Об установке для дистилляции ртути см. Bergmann W., Silikat-Technik, 12, № 4, 192 (1961); РЖХим, 1962, реф. 6Е91.

О новой аппаратуре для перегонки см. Henderson R. W., Kamphausen H. A., Chem. Educ., 41, № 10, 572 (1964); РЖХим, 1965, 7А58.

Практичный и эффективный прибор для дистилляции и ректификации в лаборатории описан Naquet-Radignot J., Chim. analyt., 46, № 8, 405 (1964); РЖХим, 1965, 8Д97.

О «бурлении» жидкости при кипении см. Charlett S. M., Lab. Pract., 13, № 12, 1204 (1964); РЖХим, 1965, 11Д78.

Прибор для молекулярной перегонки и вакуумной сублимации описали Loev B., Snader M., Komendy M. F., Chem. Educ., 40, № 8, 426 (1963); РЖХим, 1965, 15А47.

О конструкции куба для молекулярной перегонки, обеспечивающей точное регулирование потока, см. Hoffmann R. L., Catle F. J., Evans C. D., J. Am. Oil Chem., 43, № 1, 52 (1966); РЖХим, 1966, 15Д69.

О молекулярной дистилляции сверхчувствительных к перегонке веществ см. Frank W. A., Analyt. Chem., 36, № 11, 2167 (1964); РЖХим, 1965, 16Д88.

Об азеотропной и экстрактивной ректификации см. Коган В. Д., Госхимиздат, 1961.

О лабораторной низкотемпературной ректификационной колонке см. Кедрякин В. М., Зорин А. Д., Зав. лаб., 29, № 4, 509 (1963).

О лабораторной ректификационной колонке для перегонки легко кристаллизующихся органических соединений см. Мусаев И. А., Гу Ци-вей, Зав. лаб., 28, № 6, 751 (1962); РЖХим, 1963, реф. 5Д54.

О лабораторной металлической ректификационной колонке см. Борисов Г. К., Павлов А. М., Девятых Г. Г., Труды по химии и хим. технол. (Горький), вып. 2, 1961, стр. 412; РЖХим, 1962, реф. 8Е45.

О лабораторных ректификационных колонках см. Левин А. И., Труды ВНИИ нефтехимических процессов, вып. 5, № 3, (1962); РЖХим, 1962, реф. 23Е4.

О лабораторной пленочной ректификационной колонке см. Аглиулов Н. Х., Девятых Г. Г., Труды по химии и хим., технол., вып. 3, 1958, стр. 623.

О масляных насосах ВН-461-М и Ц-ВЛ-100 для достижения высокого вакуума см. Капцов Н. А., Природа, № 4, 36 (1954).

О получении ультравысокого вакуума с помощью обычных откачивающих устройств см. Тихомиров М. В., Шварин Ю. Я., Приборы и техника эксперимента, № 1, 137 (1962); РЖХим, 1962, реф. 16Е16.

О новых работах по вакуумным уплотнениям см. Iorden J. R., Trans. 8th Nat. Vacuum Sympos. and 2nd Intern. Vacuum Sci. and Technol., Washington, D. C., vol. 2, 1962, p. 1302; РЖХим, 1963, реф. 13Д34.

О безопасном жидкостном манометре см. Cerwinka M., Cyprіa K., Chem. prům., 11, № 8, 415 (1961); РЖХим, 1962, реф. 2Е30.

Об улучшении ртутного U-образного манометра см. Meyer D. E., Wade W. H., Rew. Sci. Instr., 33, № 11, 1283 (1962); РЖХим, 1963, реф. 12Д27.

Электропарообразователь высокого давления для лабораторной установки см. Членов А. Г., Томазов С. П., Зав. лаб., 28, № 12, 1531 (1962); РЖХим, 1963, реф. 14Д31.

О парообразователях см. Ашкинази Б. А., Зав. лаб., 7, № 10, 1200 (1938).

Удобный лабораторный сублиматор описал Mallory F. B. J., Chem. Educ., 39, № 5, 261 (1962); РЖХим, 1965, 4А70.

Об аппарате для многократной сублимации см. Simkins R. J. J., Smith J. C. P., Chem. a. Ind., 22, 929 (1964); РЖХим, 1965, 5Д80.

О расчете температуры кипения см. Ощерин Б. Н., Инж.-физ. ж., 6, № 5, 23 (1963); РЖХим, 1964, 12Б423.

Глава 13

ЭКСТРАКЦИЯ

ОБЩИЕ ПОНЯТИЯ

Экстракцией называют метод извлечения растворителями из смеси каких-либо веществ того или другого компонента.

В основе этого метода лежат закон распределения вещества между двумя несмешивающимися жидкостями (если экстрагируют вещество из раствора в какой-нибудь жидкости) и различная растворимость отдельных веществ в данном растворителе (если вещество извлекают из смеси с другими веществами).

Большинство веществ (как жидких, так и твердых) растворяется в нескольких растворителях. Если данное вещество растворено в каком-либо растворителе и к этому раствору прибавить другой растворитель, не смешивающийся с первым, то часть вещества перейдет в этот растворитель, образуя два слоя несмешивающихся жидкостей, в которых будет содержаться данное вещество. При этом распределение вещества между двумя растворителями будет вполне определенным для каждого отдельного случая*.

Например, уксусная кислота очень хорошо растворяется в воде и в бензоле. Бензол же в воде практически нерастворим. Поэтому, если к водному раствору уксусной кислоты добавить бензол, то уксусная кислота распределится между водой и бензолом. Повторяя операцию несколько раз, можно извлечь из воды почти всю уксусную кислоту.

---

* Отношение концентраций растворенного вещества в обеих жидких фазах называется коэффициентом распределения.

Если же взять такой случай, когда растворители смешиваются между собой, а данное вещество растворяется только в одном из них, то при добавлении в раствор другого растворителя вещество выпадает.

Например, скипидар растворяется в спирте; если же в спиртовый раствор его добавить воду, то он выпадет в виде тонкой эмульсии. Другой пример: воск хорошо растворяется на холоду в хлороформе, но плохо в холодном этиловом спирте. Поэтому, если к хлороформному раствору воска добавить некоторое количество спирта, то воск выделится из раствора в виде хлопьев.

Если же имеется смесь двух или нескольких веществ и нужно выделить одно из них, то почти всегда можно подобрать такой растворитель, который растворяет только нужное вещество и почти не растворяет других.

Одним из важнейших растворителей является вода, в которой растворяется очень большое число различных неорганических и органических веществ.

Экстракция органическими растворителями применяется не только для извлечения органических веществ. Очень многие неорганические соли, главным образом галогениды и нитраты, также растворяются в органических растворителях и при определенных условиях могут быть извлечены из водных растворов. На этом, в частности, основаны некоторые способы очистки различных неорганических солей с целью получения чистых металлов.

Кроме экстрагирования при помощи летучих органических растворителей или воды, извлечение нужного вещества в отдельных случаях можно проводить и нелетучими органическими веществами. Таким путем, например, можно извлекать некоторые составные части из растительной ткани, если после перемалывания последней полученную муку или настаивать, или взбалтывать, или перемешивать с жидкими маслами. Операцию можно проводить как на холоду, так и при нагревании.

При экстрагировании большое значение имеет температура, особенно в тех случаях, когда экстрагируют водой.

В некоторых случаях приходится проводить так называемую реэкстракцию. Например, органическим растворителем можно извлечь из смеси какое-либо вещество, хорошо растворяющееся в воде. Вместо отгонки органического растворителя полученный экстракт можно обработать водой и все извлеченное вещество перейдет в вод-

ный раствор, очищенный же от примеси органический растворитель может быть снова использован для экстракции.

В зависимости от того, в каком виде находится экстрагируемое вещество, приемы экстракции и конструкция применяемых для этой цели приборов несколько изменяются.

Для удобства рассмотрения процесса экстракции можно наметить два случая: экстрагирование твердых веществ (система «твердое — жидкость») и экстрагирование жидкостей (система «жидкость — жидкость»).

Кроме того, в зависимости от применяемых растворителей различают экстракцию:

а) водой или водными растворами;
б) органическими растворителями;
в) расплавами.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ

Экстрагирование твердых веществ является довольно распространенной операцией. В зависимости от характера вещества, которое должно быть извлечено, применяют или холодный растворитель (холодное экстрагирование), или горячий растворитель (горячее экстрагирование). Последнее бывает необходимым в случае экстрагирования веществ, набухающих перед растворением или плохо растворимых в холодном растворителе.

Холодное экстрагирование

Экстрагирование водой или водными растворами. Вода является одним из важнейших растворителей для большой группы неорганических и органических веществ. Кроме чистой воды, иногда применяют в качестве растворителей водные растворы кислот, щелочей или различных солей. Экстрагирование твердых веществ водой или водными растворами часто называют выщелачиванием.

Обычно водную экстракцию или выщелачивание проводят в стеклянном или форфоровом стакане. Чем труднее или меньше растворяется извлекаемое вещество в воде, тем больше должно быть отношение «растворитель : твердое вещество» (ж : т), чтобы больше извлечь за один прием. После добавления воды или водного раствора необходимо некоторое время перемешивать смесь или механизированным путем (см. гл. 8 «Растворение»), или просто стеклянной палочкой. Затем, прекратив перемешивание, жидкости дают отстояться. Отстоявшуюся чистую жидкость сливают при помощи стеклянной палочки в воронку на фильтр. Воронку вставляют в заранее заготовленную посуду (приемник). Сливать нужно так, чтобы экстрагируемое вещество по возможности не попадало на фильтр. Пусть лучше над твердым веществом останется небольшой слой жидкости. После этого оставшуюся массу снова заливают растворителем и повторяют операцию до полного извлечения нужного вещества. Окончание экстракции определяют по специфической реакции на извлекаемое вещество. Одну-две капли фильтрата из конца воронки помещают на часовое стекло и добавляют нужный реактив. Если проба дает положительную реакцию — выщелачивание продолжают. Если же проба будет отрицательной — выщелачивание заканчивают. В лабораторных условиях можно создать батарею для выщелачивания. Для этого берут несколько стаканов, помещают в них твердое вещество, подлежащее выщелачиванию, и в каждый стакан вставляют воронку (вставлять в воронку фильтр в данном случае нет необходимости). Воду или водный раствор наливают в первый стакан, перемешивают и дают отстояться. После отстаивания жидкость из первого стакана переливают во второй, а в первый наливают свежий растворитель. Из второго стакана подобным же образом раствор переводят в третий и т. д., из первого снова во второй и т. д. Жидкость из последнего стакана сливают в приемник через воронку с фильтром. Таким путем удается получить более концентрированный раствор экстрагируемого вещества. Такое выщелачивание называют противоточным.

Для ускорения процесса вместо длительного отстаивания жидкость можно отсосать при помощи вакуум-насоса или при помощи «фильтровальных палочек». Или же, расположив стаканы ступенчато по высоте, жидкость можно сливать при помощи сифонных трубок. Таким путем процесс несколько автоматизируется. На рис. 434 показана схема прибора подобного рода. При работе на дно каждого сосуда около сливной трубки помещают слой фильтрую-

щего материала, например стеклянную вату, длинноволокнистый асбест и пр.

Иногда для экстрагирования из твердых веществ применяют делительные воронки, однако для экстрагирования из тонко измельченных веществ они очень неудобны.

Когда приходится выщелачивать плав, полученный в тиглях при проведении некоторых химических анализов, можно пользоваться приспособлением, показанным на рис. 435. Из стеклянной палочки изготовляют крючок, одним концом которого зацепляют тигель с плавом, а

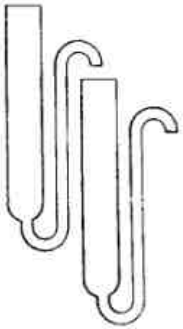


Рис. 434. Каскадная экстракция.

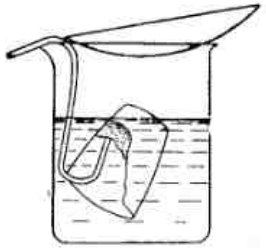


Рис. 435. Выщелачивание в химическом стакане.

другим — стенку стакана. В стакан наливают жидкость, в которой должен раствориться плав (например, воду или раствор кислоты), и закрывают часовым стеклом. Приспособление оставляют стоять до тех пор, пока весь плав не растворится. Если нужно, проводят постоянное подогревание, поместив стакан на водяную баню или просто в горячую воду, налитую в фарфоровую чашку.

При таком закреплении тигля (см. рис. 435) раствор можно не перемешивать, так как около плава возникают конвекционные токи, создаваемые разностью плотностей жидкости у поверхности сплава (насыщение) и верхними слоями ее; образовавшийся более насыщенный раствор опускается на дно, а менее насыщенный — подходит к плаву.

Экстрагирование органическими растворителями. В этом случае применяют так называемый аппарат Сокслета (рис. 436). Аппарат состоит из трех частей: колбы, экстрактора и холодильника, обычно шарикового. Все

части аппарата соединяются при помощи шлифов. Каждый аппарат обязательно снабжен запасной колбой.

Основной частью аппарата является экстрактор (рис. 437), верхняя (широкая) часть его соединяется с колбой двумя трубками: одной более широкой, через которую пары жидкости поступают в экстрактор, и изогнутой

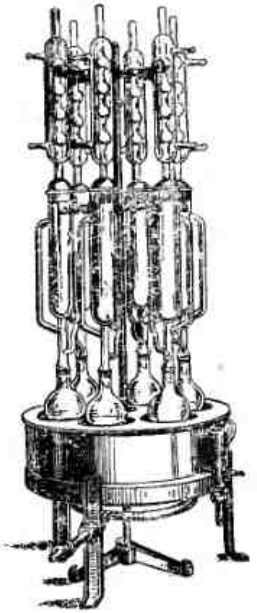


Рис. 436. Группа аппаратов Сокслета для экстрагирования.

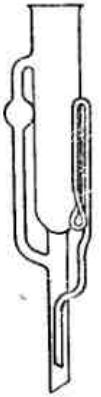


Рис. 437. Экстрактор для аппарата Сокслета.

трубкой (сифоном), служащей для стока сконденсированной жидкости.

Принцип, на котором основано устройство аппарата Сокслета, очень прост. Пары какой-либо жидкости, поступая через боковую трубку в экстрактор, сгущаются в холодильнике, и образовавшаяся жидкость поступает в широкую часть экстрактора, где помещается вещество, из которого нужно что-либо экстрагировать.

Когда уровень жидкости достигнет уровня колена отводной трубки, жидкость по последней стекает в колбу. При этом происходит постепенно растворение вещества и

оно вместе с растворителем поступает в колбу, где его накопляется все больше и больше, причем количество жидкости практически не изменяется. Это позволяет ограниченным объемом растворителя извлечь неограниченное количество экстрагируемого вещества, так как оно все время обрабатывается чистым растворителем.

Аппараты Сокслета устанавливают обычно по нескольку штук в специальной водяной бане с определенным числом гнезд для колб. Аппарат можно также установить и отдельно на обычной бане, укрепив экстрактор и холодильник на одном штативе.

Работа с аппаратом Сокслета очень несложна и требует только осторожного обращения с экстрактором при сборке и разборке аппарата.

При проведении экстракции прежде всего плотно соединяют колбу и экстрактор, потом в экстрактор вводят экстрагируемое вещество, плотно завернув его в чистую фильтровальную бумагу и перевязав чистой ниткой. В продаже имеются специальные патроны, в которые помещают экстрагируемое вещество. Затем в экстрактор наливают растворитель до тех пор, пока он не начнет стекать через отводную трубку в колбу; добавляют еще половину объема налитого растворителя, присоединяют к экстрактору холодильник и пускают в него воду; проверяют плотность соединения отдельных частей аппарата, прочность их прикрепления к штативу и после этого начинают нагревание.

Если извлекаемое вещество окрашено, то и раствор его окрашен и конец экстрагирования определяется тем моментом, когда жидкость в экстракторе станет бесцветной. После того как жидкость стечет еще два-три раза, операцию кончают, обогрев бани прекращают и аппарату дают остыть. В тех случаях, когда экстрагируемое вещество бесцветно, приходится обращать внимание на продолжительность операции, ведя ее достаточно долгое время и учитывая растворимость экстрагируемого вещества в растворителе.

Или же поступают так: стеклянную трубку подходящей длины, имеющую узкий внутренний диаметр, опускают через холодильник в экстрактор. Пальцем закрывают верхний конец трубки и вынимают ее. Захваченную часть раствора выливают на часовое стекло и выпаривают. Если после испарения растворителя на стекле не будет какого-

либо матового пятна или остатка, экстракцию можно считать законченной.

Окончание экстрагирования бесцветных веществ можно определять также путем измерения коэффициента преломления (рефракции) вначале чистого растворителя (перед началом перегонки), а затем экстракта. В конце экстрагирования коэффициент рефракции растворителя должен быть или близок или равен коэффициенту рефракции чистого растворителя.

При разборке аппарата прежде всего закрывают воду, затем осторожно снимают холодильник; отнимают экстрактор и дают стечь из него остаткам жидкости в колбу, для чего экстрактор наклоняют так, чтобы жидкость переливалась через отводную трубку.

Содержимое колбы (экстракт) переливают в другой, заранее приготовленный сосуд, колбу ополаскивают чистым растворителем и эту обмывочную жидкость сливают с экстрактом. Чтобы выделить экстрагированное вещество, растворитель отгоняют. Эту операцию проводят обычным путем, т. е. монтируют прибор, состоящий из колбы Вюрца, холодильника и приемника. Колбу Вюрца нагревают на водяной бане, отгоняющийся растворитель собирают в приемник (растворитель можно использовать снова). Когда растворитель отогнан, выделенное вещество переводят из колбы Вюрца в приготовленный сосуд.

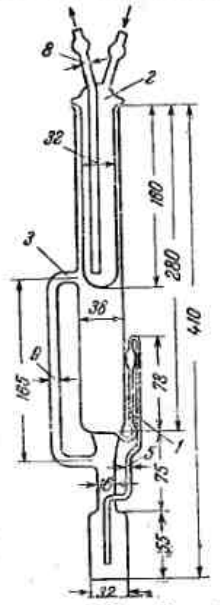


Рис. 438. Схема видоизмененного аппарата Сокслета:
1 — сифонная трубка; *2* — пальчиковый холодильник; *3* — пароотводная трубка.

Экстрагирование нужно проводить только чистым растворителем; никогда нельзя брать технический продукт, так как в этом случае экстрагируемое вещество неизбежно загрязнится.

При экстрагировании петролейным эфиром или бензином следует брать продукт, кипящий при какой-нибудь определенной, известной температуре или же в известных пределах ее. Например, петролейный эфир имеет

температуру кипения в пределах 30—50, 40—60, 50—70, 60—80 °С.

Аппарат Сокслета усовершенствовался не один раз. Одна из удачных форм приведена на рис. 438. Это аппарат имеет удлиненный экстрактор, причем в среднюю открытую часть его вставлен холодильник особой конструкции (пальчиковый).

Трубки для ввода и вывода воды из холодильника поставлены почти вертикально, что представляет большое удобство при сборке батареи экстракторов. Конструкция холодильника имеет особенное значение. Пальчиковый холодильник удобен тем, что предотвращает потерю растворителя в результате испарения, что неизбежно происходит при открытых шариковых холодильниках. Кроме того, охлаждение паров растворителя происходит более интенсивно, так как поверхность охлаждения велика и образована не только внутренней стенкой, охлаждаемой водой, но и наружной, охлаждаемой воздухом.

Холодильник может быть подвешен на звонковой проволоке или веревке, и при разборке аппарата его можно поднимать вверх. То же самое может быть проделано и при внесении патрона или образца, подлежащего экстракции, или же для введения растворителя.

Экстрактор вставляют в колбу от аппарата Сокслета (на рис. 439 не показана). В таком аппарате экстракция может проводиться по 3—4 дня без всякого наблюдения и без добавления растворителя. С обычным аппаратом Сокслета работать таким образом нельзя.

Было предложено много аппаратов для лабораторного экстрагирования твердых веществ. Большинство из них являются или упрощенными, или усложненными вариациями аппарата Сокслета.

Горячее экстрагирование

Экстрагирование водой или водными растворами. Горячее экстрагирование водой или водными растворами проводится в так называемых «перколяторах» (рис. 439). Твердое вещество, например растения или их части, после измельчения до определенной степени помещают в перколятор, заливают горячей водой, закрывают крышку и в зависимости от условий нагревают прибор одним из известных способов. Через установленное время открывают нижний кран и дают стечь водной вытяжке. Если необходимо, проводят повторную экстракцию.

Экстрагирование органическими растворителями. Горячее экстрагирование органическими растворителями, обычно применяемое для извлечения труднорастворимых веществ и веществ, которые перед растворением сильно набухают, занимает много времени и часто длится от 6—

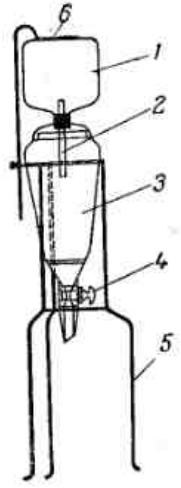


Рис. 439. Перколятор:
1 — бачок для воды; *2* — трубка для стока воды в перколятор; *3* — корпус перколятора; *4* — сливной кран; *5* — подставка; *6* — крышка бака.

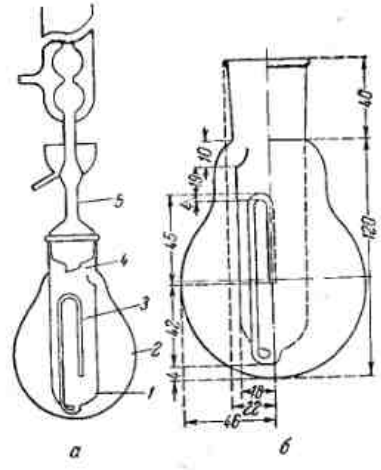


Рис. 440. Схема экстрактора для горячего экстрагирования:
а — схема прибора; *б* — колба; *1* — экстрактор; *2* — приемник; *3* — сифон; *4* — отверстие; *5* — холодильник.

8 *ч* до суток и больше. Поэтому конструкции приспособлений для горячего экстрагирования должны быть рассчитаны на возможность длительной операции и работы аппарата без наблюдения. Горячее экстрагирование органическими растворителями встречает наибольшие трудности именно в аппаратурном оформлении. Один из наиболее удачных аппаратов для горячего экстрагирования изображен на рис. 440. Он также является усовершенствованной формой аппарата Сокслета и состоит из экстрактора *1*, помещенного внутри приемника *2*. В результате этого экстрактор постоянно обогревается и растворите-

лем, и его парами. Экстрактор *1* имеет сифон *3*, через который раствор периодически стекает в приемник. В верхней части экстрактора имеется отверстие *4*, через которое пары растворителя попадают в экстрактор и холодильник *5*. Холодильник — на шлифе.

Растворитель наливают перед экстракцией непосредственно в приемник, причем для этого холодильник следует снять. Растворитель наливают в таком количестве,

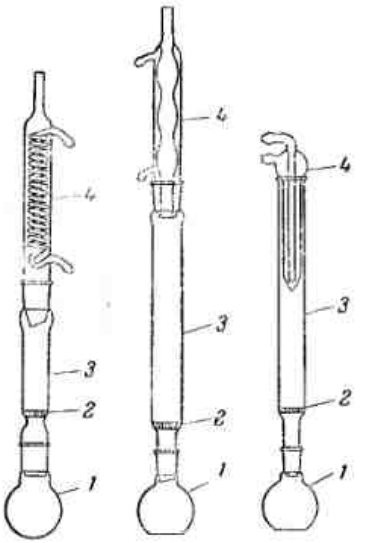


Рис. 441. Схемы приборов для горючего экстрагирования:
1 — колба; *2* — кварцевая или стеклянная спираль; *3* — экстрактор; *4* — холодильник.

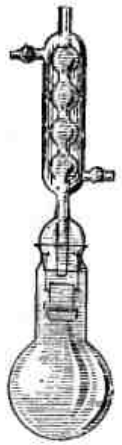


Рис. 442. Упрощенный экстрактор.

чтобы уровень его в приемнике был приблизительно на 1,5—2 *см* ниже открытого конца сифонной трубки, а в экстракторе — немного ниже верхнего колена ее.

Вещество, подлежащее экстрагированию, или помещают в готовый патрон, или же заворачивают в фильтровальную бумагу, а затем кладут в экстрактор.

После окончания экстрагирования прибор разбирают, чистят и моют.

Для этой же цели можно применять приборы, изображенные на рис. 441. Они состоят, подобно прибору Сокслета из трех частей: колбы, экстрактора и обратного холодильника. Экстрактор представляет собой открытую с обоих концов цилиндрическую трубку, в нижней части которой, на некотором расстоянии от суженного конца, находится стеклянная или кварцевая спираль, или же фарфоровая сетка, подобная тем, которые применяются при фильтровании.

Материал, подлежащий экстрагированию, например части растения, помещают в экстрактор приблизительно до половины высоты от спирали или сетки до холодильника. В колбу на $^2/_3$ объема ее предварительно наливают соответствующий растворитель.

В колбу укрепляют экстрактор (обычно на шлифе), к верхней части которого присоединяют обратный холодильник на шлифе или пальчиковый холодильник без шлифа.

Колбы могут быть различной емкости — от 100 до 1000 *мл*. Соответственно изменяются и размеры остальных частей прибора.

Очень удобен в работе экстрактор, показанный на рис. 442. Экстрагируемое вещество помещают в патрон, представляющий открытую с обеих сторон трубку с отогнутыми краями. Нижний конец этого патрона закрывают одним-двумя слоями фильтровальной бумаги, которую плотно прикрепляют к патрону ниткой.

На верхнем конце патрона имеются три крючка (стеклянные или из платиновой проволоки), при помощи которых патрон подвешивают к соответствующим крючкам холодильника. Экстрагирующую жидкость наливают в колбу и нагревают до кипения. Пары ее направляются в холодильник, там конденсируются, стекают на экстрагируемое вещество, проходят через весь слой его и далее через фильтровальную бумагу стекают обратно в колбу. Так как экстракция идет почти при температуре паров растворителя, то она обычно заканчивается в очень короткий срок.

ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ЖИДКОСТЕЙ

В простейшем случае экстрагирование из раствора проводят в делительной воронке. Раствор, из которого нужно извлечь какое-либо вещество, наливают в делительную воронку до половины ее. Туда же добавляют

подходящий растворитель*, не смешивающийся с первым, в количестве около половины взятого раствора. Делительную воронку закрывают и, одной рукой придерживая пробку, а другой кран, плавными движениями многократно перевертывают ее вверх и вниз в течение 15—20 *мин*, стремясь к тому, чтобы жидкости как бы скользили одна по другой. Ни в коем случае не рекомендуется энергично взбалтывать содержимое воронки, так как при этом почти неизбежно образуются стойкие эмульсии, на разрушение которых потребуется много времени. Очень часто при экстракции наблюдается повышение давления внутри воронки, которое время от времени необходимо уравнивать с атмосферным. Для этого в тот момент, когда воронка находится в перевернутом состоянии, т. е. горло ее опущено вниз, а трубка с краном поднята вверх, кран осторожно открывают, а затем закрывают.

По окончании экстракции делительную воронку укрепляют на штативе и дают постоять в течение некоторого времени, пока не произойдет полное расслоение и пока между обоими растворителями не установится резкая граница. После этого вначале открывают пробку воронки, а затем осторожно поворачивают кран, давая медленно стечь нижнему слою жидкости в приемник.

Когда верхний слой будет близок к крану, последний слегка поворачивают, еще более уменьшая скорость истечения жидкости. Дав верхнему слою заполнить воронку вплоть до крана, его закрывают и выливают остающуюся в воронке жидкость через горло в тот или иной сосуд.

Иногда для более полного извлечения экстрагирование повторяют несколько раз. Затем растворитель отгоняют и в перегонной колбе остается выделенное вещество.

Для встряхивания делительные воронки можно укрепить в упоминавшемся выше вертикальном встряхивателе (см. рис. 345, стр. 366). Горлышко воронки помещают в отверстие верхней планки встряхивателя, а конец — в прорез нижней.

* Подбирают такой растворитель, в котором растворимость данного вещества была бы выше, чем в исходном. Если растворенное вещество сравнительно мало летуче, то после экстрагирования его выделяют путем отгонки введенного растворителя. Поэтому при подборе растворителя для извлечения необходимо, чтобы его температура кипения была невысокая.

Для перемешивания содержимого делительных воронок рекомендован также простой прибор*, состоящий из электромотора, передаточного устройства и диска-кассеты, расположенного перпендикулярно оси мотора. На этом диске радиально укрепляют восемь делительных воронок. При вращении диска со скоростью 2 *об/мин* происходит медленное переворачивание и непрерывное изменение величины поверхности раздела раствора и растворителя. При работе на таком приборе эмульсии не образуются.

Для экстрагирования из водных растворов обычно применяют: диэтиловый эфир, петролейный эфир, бензин, бензол и тому подобные вещества.

Если вещество, экстрагируемое из водного раствора, обладает хорошей растворимостью в последнем, то во избежание расхода больших количеств растворителя экстракцию проводят следующим путем.

К водному раствору вещества добавляют чистую поваренную соль до образования насыщенного раствора. В концентрированных растворах солей растворимость других веществ, особенно органических, заметно понижается, и, таким образом, удается достигнуть того же самого эффекта экстракции, применяя меньшие количества растворителя. Растворитель экономится при этом и за счет понижения его собственной растворимости в воде, что особенно важно в случае применения таких растворителей, как диэтиловый эфир, растворимость которого в воде довольно велика.

При проведении экстракции нужно взять за правило никогда не брать сразу больших количеств растворителя; лучше вести многократную экстракцию малыми порциями растворителя, чем сразу брать все количество его и проводить однократную экстракцию. Применяя одно и то же количество растворителя, в первом случае можно достичь более полной экстракции растворенного вещества, чем во втором. Если же поставить своей задачей довести экстракцию до одного и того же предела, то, работая по первому способу, можно взять значительно меньшее количество растворителя, чем во втором. В результате концентрация экстрагированного вещества в экстракте окажется значительно большей (что в ряде случаев имеет

* РЖхим, **1960**, № 11, 157, реф. 42565.

большое значение), а потери растворителя — меньшими.

Экстракция из раствора может быть также проведена в приборах, аналогичных по принципу своего действия аппаратам Сокслета.

Экстрактор (рис. 443) для экстрагирования жидкостей посредством растворителей с плотностью, большей плотности экстрагируемого вещества, присоединяют к колбе и к холодильнику. Через трубку, впаянную в стенку экстрактора, подают воздух для перемешивания жидкости, а в случае легкоокисляющихся веществ — инертный газ (обычно азот). Конец трубки соединен с фильтрующей пластинкой для более равномерного распределения вдуваемого газа.

Сифонная трубка *1* в отличие от сифонной трубки аппарата Сокслета в самой верхней точке имеет отверстие *2* или небольшой отросток или же иногда — трехходовой кран (последний при работе экстрактора должен быть открыт).

Для проведения экстракции в экстрактор наливают столько жидкого растворителя, чтобы он покрывал пластинку. Поверх растворителя наливают до изгиба сифона подлежащий экстракции водный раствор. После этого нагревают колбу с чистым растворителем и, когда из холодильника начнет вытекать конденсирующаяся жидкость, пускают газ, который и проводит перемешивание. По окончании экстракции ток газа прекращают и закрывают открытый конец сифона или пальцем, или поворотом трехходового крана. Дают осторожно стечь тяжелому растворителю по сифону (отверстие закрыто) и, когда растворителя в экстракторе останется снова столько же, сколько было взято вначале, ток жидкости в сифоне прерывают, отнимая палец или соответствующим образом поворачивая трехходовой кран.

При работе с этим аппаратом требуется точность при спуске растворителя, так как из-за невнимательности можно выпустить в колбу не только растворитель, но и экстрагируемую жидкость.

Нужно также соблюдать предосторожность при пропускании газа, не давая очень сильной струи и регулируя ее так, чтобы перемешивание шло без бурления.

При помощи этого аппарата можно экстрагировать очень небольшое количество жидкости, что бывает необходимо при некоторых анализах органических веществ

растительного происхождения (водные вытяжки) и при многих микроопределениях.

Как уже упоминалось, при работе со всеми экстракционными аппаратами для обогрева применяется преимущественно водяная баня и реже — другие способы нагревания.

Схема очень простого прибора для экстрагирования жидкости приведена на рис. 444. В наружную пробирку *1* наливают раствор, из которого нужно извлечь то или иное

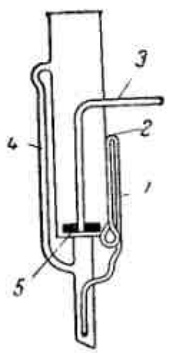


Рис. 443. Экстрактор для экстрагирования жидкостей растворителями с плотностью, большей, чем плотность экстрагируемой жидкости:

1 — сифонная трубка; *2* — отверстие в сифонной трубке; *3* — трубка для поступления газа; *4* — пароотводная трубка; *5* — фильтрующая пористая пластинка.

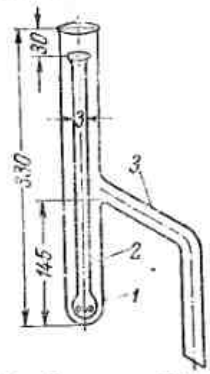


Рис. 444. Схема прибора для экстрагирования жидкостей:

1 — наружная пробирка; *2* — внутренняя пробирка; *3* — отводная трубка.

вещество. Жидкости наливают столько, чтобы уровень ее очень ненамного не доходил до отверстия отводной трубки *3*. Во внутреннюю трубку *2* небольшой струей (можно из бюретки) наливают растворитель (плотность растворителя меньше плотности воды). Последний разбивается на мелкие капельки при прохождении через отверстия нижнего конца внутренней трубки, проходит через водный раствор и стекает через отводную трубку в приемник.

При работе с тяжелыми растворителями порядок работы изменяется. Тяжелый растворитель наливают в наружную пробирку так, чтобы уровень жидкости не доходил до отверстия отводной трубки, а рабочий раствор вводят через внутреннюю трубку. Он проходит через растворитель

и поступает в приемник. Рабочий раствор можно пропустить через растворитель несколько раз, до того момента, пока не установится равновесие концентраций, что зависит от коэффициента распределения.

При необходимости можно собрать целую батарею из таких экстракционных аппаратов, расположив их по вертикали.

Удобное приспособление для экстрагирования жидкости жидкостью показано на рис. 445. Оно пригодно для экстрагирования растворителем, имеющим бо́льшую плотность, чем водный раствор, из которого нужно извлечь то или иное вещество. Особенностью этого прибора является то, что пары растворителя, например хлороформа, конденсируются в обратном холодильнике *1* и образующаяся жидкость стекает через большое число трубочек, разбиваясь на капли. Эти капли падают дождем в экстрагируемую жидкость, чем увеличивается поверхность соприкосновения жидкостей и ускоряется экстрагирование. На дно экстрактора помещают слой стеклянной ваты *5* (так, чтобы было закрыто нижнее отверстие бокового отвода *7*) для фильтрования экстракта; перед началом работы в экстрактор наливают растворитель, например хлороформ, в таком количестве, чтобы он покрывал фильтрующий слой и был бы выше его на 2 *см*.

Жидкость, подлежащая экстрагированию, должна занимать не более $^1/_3$ объема экстрактора, чтобы при максимальном подъеме она не переливалась через пароотводную трубку *6* и не доходила до отверстия в нижней части холодильника, через которое пары растворителя попадают в него.

Для экстрагирования жидкости жидкостью при использовании растворителя с меньшей плотностью, чем экстрагируемая жидкость, удобно применять прибор, изображенный на рис. 446. Для тяжелых растворителей применяют прибор, показанный на рис. 447.

Принцип действия этих приборов одинаков. Пары растворителя из колбы по пароотводной трубке экстрактора попадают в обратный холодильник и, конденсируясь, стекают в приемную трубку, в первом приборе доходящую до дна экстрактора, а во втором оканчивающуюся немного выше сливной трубки. На нижнем конце приемной трубки имеется расширение, в которое вплавлена сетка, вследствие чего растворитель проходит через слой жидкости раздробленным на мелкие капли, что способствует лучшему извлечению экстрагируемого вещества.

Экстрагируемую жидкость наливают в экстрактор до уровня, немного не доходящего до отверстия пароотвод-

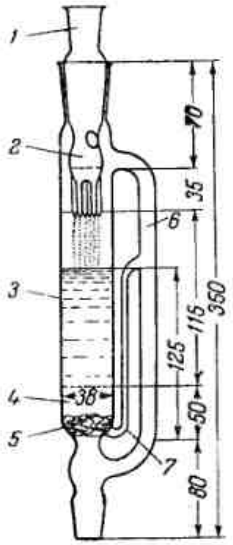


Рис. 445. Схема прибора для экстрагирования жидкостей:

1 — холодильник; *2* — камера для сконденсировавшегося хлороформа; *3* — водный экстракт; *4* — хлороформный экстракт; *5* — стеклянная вата; *6* — пароотводная трубка; *7* — сифон.

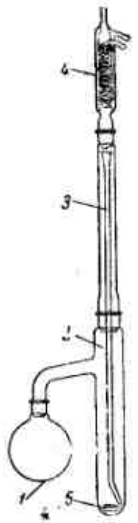


Рис. 446. Схема прибора для экстрагирования жидкостей растворителями с плотностью, меньшей, чем плотность экстрагируемой жидкости:

1 — колба; *2* — экстрактор; *3* — трубка для стекания конденсата растворителя; *4* — холодильник; *5* — пористая пластинка.

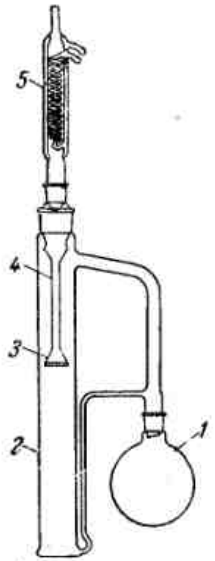


Рис. 447. Схема прибора для экстрагирования жидкостей тяжелыми растворителями:

1 — колба; *2* — экстрактор; *3* — пористая пластинка; *4* — трубка для стекания конденсата растворителя; *5* — холодильник.

ной трубки. Экстракт все время стекает навстречу пару.

Продолжительность экстрагирования зависит от коэффициента распределения растворенного вещества между двумя жидкостями — растворителями. Если растворенное вещество окрашено, экстракт также окрашен, и по ин-

тенсивности его окраски определяют продолжительность экстрагирования. Если вещество бесцветно, то полнота экстрагирования определяется только временем, так как взять пробу жидкости из прибора трудно.

Автоматическое экстрагирование из непрерывного потока

Экстрагирование жидкости жидкостью может быть автоматизировано, если эту операцию вести из непрерывного потока. Для этой цели служат экстракторы специальных конструкций.

Прибор (рис. 448) представляет собой полый стеклянный цилиндр, имеющий два боковых отвода *6* и *7* и нижнюю и верхнюю сливные трубки *1* и *2*. Водный раствор, из которого требуется извлечь какое-либо вещество, поступает в цилиндр прибора через верхний боковой отвод *6*, а органический растворитель, применяемый для экстрагирования, — через нижний отвод *7*. Стержень *4*, вращающийся со скоростью 2500 *об/мин*, укреплен вдоль центральной оси цилиндра при помощи полиэтиленовых подшипников *3*, размещенных в верхней и нижней части цилиндра. При вращении стержня в центральной части цилиндра образуются завихрения, вследствие чего жидкости, протекающие навстречу друг другу, хорошо перемешиваются. Расслаивание жидкостей происходит в верхней и нижней частях прибора в том месте, где вращающийся стержень входит в цилиндрические выступы *5* подшипников. Водный раствор вытекает из нижней сливной трубки *1*, а органический растворитель, содержащий экстрагированное вещество, — из верхней трубки *2* (плотность органического растворителя меньше плотности воды).

Другой прибор (рис. 449) представляет собой пипетку *5*, снабженную U-образной сливной трубкой *7*. Средняя часть левого колена этой трубки заключена в спиральную трубку *6*, одним концом впаянную в грушевидное расширение пипетки. Другой конец спиральной трубки соединен с небольшим резервуаром *1*, в который входит трубка *3*, служащая для поступления раствора в систему, и сопло от трубки *4*, через которое в прибор поступает органический растворитель. Последний движется по спиральной трубке отдельными каплями вместе с потоком водного раствора. В это время происходит экстракция

вещества. Из грушевидного расширения пипетки водная фаза стекает вниз и удаляется по сливной трубке *7*, а экстракт в органическом растворителе, имеющем плотность меньше, чем плотность воды, всплывает вверх и вытекает из прибора по U-образному отводу *2*, впаянному выше расширенной части пипетки. Прибор начинает действовать автоматически при одновременном поступлении в него водного раствора и органического растворителя. Как водный раствор, так и органический растворитель могут подаваться в приборы самотеком из бутылей с нижним тубусом, расположенных выше прибора. Скорость поступления жидкостей можно регулировать или металлическими зажимами, или при помощи вмонтированного в линию подачи стеклянного крана.

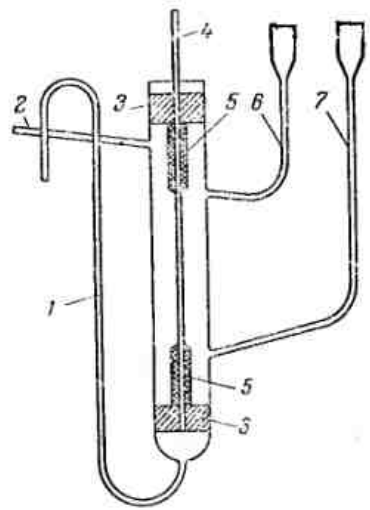


Рис. 448. Схема прибора проточного типа экстрактора для непрерывного автоматического экстрагирования:

1, 2 — сливные трубки; *3* — полиэтиленовые подшипники; *4* — стержень; *5* — цилиндрические выступы подшипников; *6, 7* — боковые отводы.

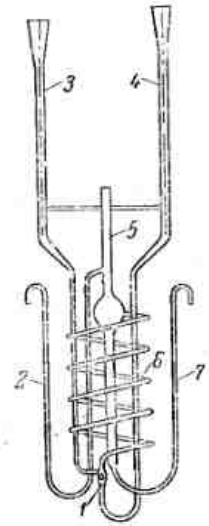


Рис. 449. Схема экстрактора проточного типа для непрерывного автоматического экстрагирования:

1 — резервуар; *2* — отвод; *3* — трубка для поступления раствора в систему; *4* — трубка для поступления органического растворителя; *5* — пипетка; *6* — спиральная трубка; *7* — сливная трубка.

Экстрагирование расплавами твердых органических веществ

Для извлечения некоторых неорганических комплексов из водных растворов В. И. Кузнецов предложил применять расплавы твердых органических веществ, имеющих низкую температуру плавления. Практически пригодными оказались следующие вещества:

Вещество	Температура плавления*, °С
α-Нафтиламин	50
Парафин	50
Церезин	50
Стеариновая кислота	70
Нафталин	80
Бензойная кислота	122
Коричная кислота	133

* Температуры плавления округлены.

Все указанные выше вещества в смеси даже с небольшим количеством амилацетата при нагревании на водяной бане образуют легкоподвижные жидкости, быстро затвердевающие при охлаждении в сплошную массу, пристающую к стенкам сосуда.

Экстрагирование следует проводить только из горячих растворов, используя в качестве прибора большую пробирку диаметром 50 *мм*, длиной 300 *мм*. В эту пробирку наливают нагретый почти до кипения раствор, из которого нужно извлечь какое-либо вещество, и, обогревая пробирку на водяной бане, поддерживают температуру жидкости на заданном уровне. Жидкость следует наливать не более чем на одну треть высоты пробирки. К горячей жидкости добавляют расплавленное органическое вещество с таким расчетом, чтобы при перемешивании жидкостей не происходило выброса их из пробирки. Заполненную пробирку можно закрыть пробкой и после этого встряхнуть несколько раз, переворачивая ее и взбалтывая. Затем пробирку охлаждают под водопроводным краном струей воды. Если при охлаждении поворачивать пробирку вокруг ее оси, органическая масса с растворившимся в ней веществом затвердевает и откладывается около стенок. Жидкость, из которой извлечено нужное вещество, можно вылить из пробирки. Когда

жидкость будет удалена, пробирку снова подогревают, расплавляют массу или переводят ее в другой сосуд или реэкстрагируют, если это необходимо.

Реэкстракцию проводят из расплавленной массы горячим растворителем.

Прием экстрагирования расплавами представляет практический интерес. К этому же способу можно отнести экстрагирование расплавленными жирами некоторых липоидов с последующей реэкстракцией их и регенерацией примененного жира.

Одно и то же количество твердого экстрагирующего вещества может быть использовано многократно, если проводить каждый раз реэкстракцию.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Моррисон Дж., Фрейзер Г., Экстракция в аналитической химии, Госхимиздат, 1960.

О лабораторном приборе для экстрагирования твердых веществ см. Schaak W., Chem. Techn., **11**, № 14, 87 (1959); РЖХим, **1960**, № 12 (I), 285, реф. 47454.

Упрощенный экстрактор для сыпучих тел описан Weinstein B., Mitchell M. J., Chemist Analyst, **48**, № 1, 19 (1959); РЖХим, **1960**, № 15, 163, реф. 61250.

Простой вращающийся экстрактор описали Clarke E. G. C., Kalayci S., Lab. Pract., **12**, № 12, 1095 (1963); РЖХим, **1964**, 15Д78.

Многоступенчатые лабораторные экстракционные установки для разделения редкоземельных элементов описали Корпусов Г. В., Крылов Ю. С., Жиров Е. П., в сб. «Редкоземельные элементы», Изд. АН СССР, 1963, стр. 211; РЖХим, **1965**, 7Д98.

Об аппаратуре для проведения быстрого экстрагирования жидкость — жидкость см. Koch L., Münzel H., Thoma H., Radiochim. Acta, **2**, № 1, 33 (1963); РЖХим, **1965**, 11Д75.

О высоковакуумном методе экстрагирования см. Anderson C. A., Leeder D. A., Chem. a. Ind., № 11, 462 (1965); РЖХим, **1965**, 20Д43.

Аппарат для непрерывного экстрагирования радиоизотопов описал Муранов В. А., Зав. лаб., **31**, № 5, 628 (1965); РЖХим, **1965**, 23Д24.

Лабораторный экстрактор описали Провинтеев И. В., Плинер С. Х., Котлова Р. А., Зав. лаб., **32**, № 1, 122 (1966); РЖХим, **1966**, 14Д87.

Лабораторные методы и аппаратура для экстрагирования жидкость — жидкость описали Stage H., Gemmeker L., Chem. Ztg. Chem. Appar., 88, № 13, 517 (1964); РЖХим, **1966**, 16Д68.

О простом приборе для разделения при экстрагировании растворителями легче воды см. Steele T. W., Analyst, **85**, № 1007, 153 (1960); РЖХим, **1961**, № 5, 184 (80), реф. 5Е54.

О приборе для экстрагирования в лабораторных условиях см. Коровин С. С., Резник А. М., Васильева М. И., Зав. лаб., **25**, № 12, 1538 (1959).

О макро- и микроэкстракторах для жидкостей см. Lab. Sci., **7**, № 2, 53 (1959); РЖХим, **1960**, № 5, 199, реф. 17696.

О лабораторном аппарате для экстрагирования жидкостей см. Kemp W. P., Ponting K. W., Chem. a. Ind., № 46, 1504 (1957); РЖХим, **1958**, № 15, 124, реф. 50163.

Описание установки для экстрагирования под вакуумом см. Harry H., Schonker C. J., Mullen P. M., Anal. Chem., **29**, № 5, 826 (1957).

О конструкциях аппаратов для автоматического экстрагирования см. Пугачевич П. П., ЖФХ, **31**, № 3, 722 (1957).

Аппарат для непрерывного экстрагирования описан O'Keeffa J. C. O., Lab. Pract., **7**, № 2, 97 (1958); РЖХим, **1958**, № 16, 144, реф. 53641.

О непрерывнодействующем приборе для экстрагирования эфиром см. Jensen K. J., Bene B. W., Analyst, **82**, № 970, 67 (1957); РЖХим, **1957**, № 16, 237, реф. 54857.

О лабораторном противоточном экстракционном аппарате непрерывного действия см. Степанов Ф. И., Вульфсон Н. С., Микова И. А., Зав. лаб., **16**, № 19, 1131 (1950).

О приборах для непрерывной экстракции жидкостей см. Сорокин О. И., Зав. лаб., **27**, № 1, 117 (1961).

Автоматический аппарат для многократного экстрагирования описан Gómez H. F., Rev. Sci. apl., **12**, № 1, 43 (1958); РЖХим, **1958**, № 22, 144, реф. 73881.

Новые установки для непрерывного экстрагирования описаны Cirman Z., Chem. prum., **9**, № 12, 639 (1959); РЖХим, **1960**, № 13, 160, реф. 51841.

О новом типе непрерывнодействующего экстрактора для жидкостей см. Chiarlo B., Baldini L., Farmaco Ed. pract., **11**, № 9, 516 (1956); РЖХим, **1957**, № 10, 274, реф. 34860.

Об аппарате для непрерывной экстракции см. Burgeff H., пат. США 2777757, 15/I 1957; РЖХим, **1958**, № 22, 145, реф. 73887п.

Об универсальном приборе для непрерывного экстрагирования см. Гринблат Е. И., Казаков В. Я., Зав. лаб., **28**, № 5, 632 (1962); РЖХим, **1963**, 1Д66.

О приборе для непрерывного извлечения веществ см. Гринблат Е. И., Казаков В. Я., Зав. лаб., **28**, № 5, 634 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 1Д67.

О прогрессивном непрерывном экстрагировании см. Maes E., Fermentatis, № 6, 262 (1963); РЖХим, **1964**, 24Д105.

О полностью автоматизированном трехфазном противоточном экстракторе см. Meltzer H. L., Buchler I., Frank Z., Analyt. Chem., **37**, № 6, 721 (1965); РЖХим, **1965**, 23Д78.

Об автоматическом приборе для противоточного распределения см. Авгуль В. Г., Байкин В. М., Хохлов А. С., Зав. лаб., **26**, № 10, 1164 (1960).

О предупреждении потерь при экстрагировании в приборах Сокслета см. Levy L. W., Estrada R. E., Chemist. Analyst, **47**, № 3, 74 (1958); РЖХим, **1959**, № 7, 170, реф. 23215.

Об устройстве для экстрагирования жидкости в термостате см. Urbanski T. S., Nukleonika, **7**, 50 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 20Е31.

О жидкостных экстракторах и смесителе-отстойнике с продолжительным временем перемешивания см. Jacson N., Jenkins I. L., Lab. Pract., **11**, № 10, 765 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 9Д71.

Экстрагирование в контактном аппарате с вращающимися дисками см. King P. J., Rhodes E., Manufact. Chem. a. Acrosol News, **35**, № 6, 51 (1964); РЖХим, **1965**, 2Д85.

О лапке с роликами на зажимах для поддержания конденсатора в экстракционном аппарате Сокслета см. McEiken J. E., Lab. Pract., **11**, № 5, 382 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 22Е60.

Прибор для серийного экстрагирования органическим растворителем в делительной воронке см. Поддубная Л. В., Поддубный Б. Н., Сборник научных трудов Ростовского мед. ин-та, кн. 10, 1959, стр. 187; РЖХим, **1960**, № 11, 157, реф. 42565.

О методе экстракции с использованием закрепленной фазы, что предотвращает образование устойчивых эмульсий, см. Tettamanti K., Uskert A., Acta chim. Acad. sci. Hung., **16**, № 4, 379 (1958); РЖХим, **1959**, № 14, 266, реф. 49798.

Обзор приборов для экстрагирования веществ из растворов см. Марков В. К., Коринфская М. Ф., Зав. лаб., **28**, № 11, 1376 (1962).

О применении затвердевающих экстрагентов см. Коренман И. М., Шеянова Ф. Р., Савельева М. И., Труды по химии и хим. технол., вып. 1, 1959, стр. 66; РЖХим, **1960**, № 17, 117, реф. 69083.

Об экстрагировании расплавами см. Кузнецов В. И., Серякова И. В., ЖАХ, **14**, № 2, 161 (1959).

О методе регистрации или регулирования числа циклов экстрагирования в аппарате Сокслета см. Dehlsen A. B. J. Sci. Instr., **41**, № 8, 522 (1964); РЖХим, **1965**, 4Д83.

Глава 14

ВЫПАРИВАНИЕ И УПАРИВАНИЕ

ОБЩИЕ ПОНЯТИЯ

В химических лабораториях при работе с различными растворами, как водными, так и неводными, нередко возникает необходимость в выпаривании.

Под выпариванием понимается операция удаления растворителя путем испарения с целью или повышения концентрации раствора или выделения вещества, содержащегося в нем.

Скорость испарения жидкости зависит от ряда факторов, из которых важнейшими являются температура, давление и площадь поверхности испарения (так называемое зеркало). Как правило, скорость испарения почти прямо пропорциональна поверхности испарения.

Скорость испарения увеличивается даже в том случае, если при комнатной температуре и нормальном давлении над испаряемой жидкостью продувать неподогретый воздух.

Существенное влияние на процесс выпаривания, кроме индивидуальных свойств выпариваемой жидкости (температура кипения и давление паров), оказывает толщина слоя жидкости. Более тонкие слои жидкости испаряются заметно скорее, чем более толстые.

В тех случаях, когда растворенное вещество разлагается при нагревании, растворитель удаляют или под вакуумом, или применяя пленочное испарение. Как известно (см. гл. 12 «Дистилляция»), с увеличением разрежения температура кипения жидкости понижается и для жидкостей, имеющих сравнительно невысокую температуру кипения, можно добиться таких условий, что жидкость будет кипеть даже при комнатной температуре.

Сущность пленочного испарения заключается в том, что на стенке сосуда-испарителя образуют тем или иным способом тонкую пленку раствора, а это увеличивает поверхность испарения. Пленочное испарение можно проводить в сочетании с созданием вакуума при низкой температуре.

Скорость испарения зависит также от перемешивания раствора или его циркуляции. Испарение растворителя со спокойной поверхности раствора постепенно уменьшается, так как концентрация растворенного вещества у поверхности испарения будет увеличиваться, что может привести к образованию корочки, затрудняющей испарение растворителя. Поэтому скорость испарения может быть увеличена, если выпариваемый раствор будет циркулировать или если образующуюся корочку все время разрушать, перемешивая выпариваемый раствор.

Следует помнить, что удаление растворителя из концентрированного раствора по указанным выше причинам всегда идет медленнее, чем из разбавленного, особенно в тех случаях, когда растворенное вещество может образовывать кристаллогидраты или кристаллосольваты. Об удалении остатков растворителя см. гл. 16 «Высушивание».

Выпаривание можно проводить на открытом воздухе при обычном атмосферном давлении или в закрытых аппаратах с полной рекуперацией либо улавливанием испаряющегося растворителя. Такие аппараты допускают применение вакуума.

ПРОВЕДЕНИЕ ВЫПАРИВАНИЯ

Для выпаривания применяют фарфоровые, стеклянные или эмалированные (рис. 450) чашки разных диаметров в зависимости от количества выпариваемого раствора. Для выпаривания необходимо налить раствор в чашку так, чтобы до краев ее оставалось не менее 2—3 *см*, если чашка большая; если же она небольших размеров, то жидкость должна занимать не больше $^2/_3$ высоты чашки.

Для выпаривания очень малых количеств раствора при аналитических работах применяют фарфоровые или платиновые тигли.

Раствор в зависимости от температуры кипения нагревают на водяной или другой бане или же на голом огне.

К нагреванию голым огнем следует прибегать только в исключительных случаях.

Сравнительно небольшие количества легко разбрызгивающихся или выделяющих газы веществ нагревают в особых, очень высоких, так называемых пальцевидных тиглях. Во время работы, пока разбрызгивание или выделение газов еще не закончилось, такой тигель должен находиться в сильно наклоненном, почти горизонтальном положении, при этом частицы вещества не теряются, а задерживаются на стенках тигля.

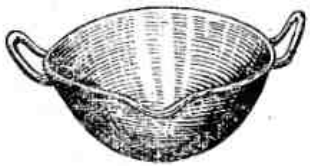


Рис. 450. Эмалированная выпарительная чашка.

Пальцевидный тигель обычно изготовляют из платины, но в тех случаях, когда выпариваемое вещество или раствор не действуют на кварц, пальцевидный тигель можно изготовить из кварцевой трубки соответствующего диаметра.

При выпаривании удобно пользоваться печью Финкенера (рис. 451). Она представляет собой жестяную квадратную коробку, открытую сверху и снизу, с несколькими боковыми прорезями, в которые вставляют металлические сетки. Увеличивая или уменьшая количество сеток, можно регулировать температуру нагревания.

Обогреваемый предмет, например тигель или выпарительную чашку, ставят на фарфоровый треугольник, положенный на верхнюю открытую часть печи. По существу печь Финкенера является воздушной баней особого устройства.

Нужно соблюдать особую осторожность при выпаривании горючих растворителей (диэтиловый эфир, спирты, ацетон, бензин и др.). При выпаривании эфира и других огнеопасных органических растворителей с низкой температурой кипения водяную баню периодически наполняют горячей водой, так как пользование горелкой недопустимо.

При выпаривании обычно не заботятся об улавливании паров растворителей, даже органических. Только при работе с большими количествами последних улавливание их может быть целесообразным. Для этого можно рекомендовать приспособление, изображенное на рис. 452.

Чашку для выпаривания следует брать без носика. На чашке укрепляют колпак таких размеров, чтобы чашка плотно входила в него. В горло вставляют пробку, через которую пропущены две трубки: одна — для притока воздуха, другая — для соединения с холодильником.

Холодильник соединяют с приемником (например, конической колбой), соединенным с вакуум-насосом. Про-

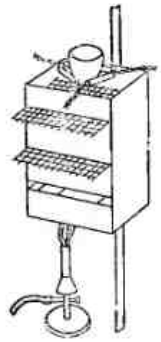


Рис. 451. Печь Финкенера.

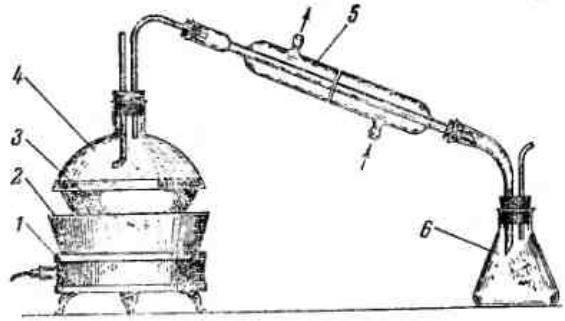


Рис. 452. Схема прибора для выпаривания летучих растворителей:

1 — электрическая плитка; *2* — баня; *3* — выпарительная чашка; *4* — стеклянный колпак; *5* — холодильник; *6* — приемник.

тягивание воздуха или другого газа способствует более быстрому испарению растворителя.

В отдельных случаях для ускорения процесса упаривания растворов рекомендуется на поверхность жидкости направлять струю сухого воздуха или какого-нибудь неактивного газа через трубку, устанавливаемую на таком уровне, чтобы происходило колебание поверхности жидкости.

Если чашка имеет носик, то колпак помещают так, чтобы края чашки и колпака совпадали по возможности плотнее, а носик оставался свободным. Тогда в горло колпака не нужно вставлять трубку для притока воздуха, так как он будет поступать через носик.

Более удобно, однако, сделать асбестовое или деревянное кольцо, которое кладут на края чашки и уже на него ставят колпак. При этом асбестовое кольцо должно

быть предварительно покрыто раствором жидкого стекла, чтобы предотвратить попадание волокон асбеста в чашку.

При аналитических работах, когда нужно заботиться, чтобы в выпарительную чашку не попали загрязнения из воздуха, над чашкой укрепляют специальную предохранительную воронку (рис. 453). Пары жидкости попадают в воронку и часть их выходит через ее отвод, часть же

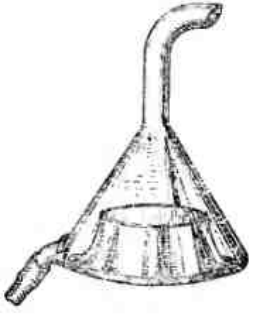


Рис. 453. Предохранительная воронка, применяемая при упаривании жидкостей.

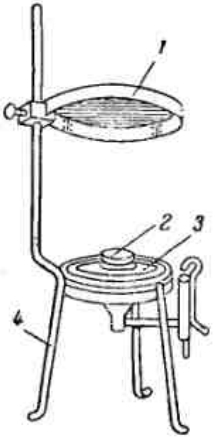


Рис. 454. Предохранительное устройство, применяемое при упаривании жидкостей:

1 — обруч, обтянутый фильтровальной бумагой; *2* — фарфоровая чашка с выпариваемым раствором; *3* — водяная баня; *4* — штатив.

конденсируется на стенках, и образующаяся жидкость стекает в желобок, а из него по резиновой трубке — в приемник для конденсата (стакан или колбу).

В качестве предохранительной воронки можно применять химическую воронку большого диаметра (15 *см*) с коротко отрезанной трубкой. Воронку укрепляют немного в наклонном положении за конец трубки в штативе. При этом сконденсированные пары воды стекают только с опущенного края воронки.

Для тех же целей применяют деревянный обруч (рис. 454), обтянутый фильтровальной бумагой, который укрепляют над чашкой, на расстоянии около 25 *см* от нее. Такой обруч имеет то преимущество перед стеклянными воронками, часовыми стеклами и т. п., что на нем не конденсируются пары жидкости и капли ее не могут падать обратно в выпарительную чашку.

Нередки случаи, когда при выпаривании вещество «ползет» по стенкам чашки и может даже выходить за края ее. Это происходит особенно часто при неравномерном обогревании раствора, когда верхняя часть чашки почти не нагревается. Поэтому рекомендуется погружать чашку в баню настолько, чтобы уровень налитого в цее раствора был не выше уровня жидкости в бане.

При аналитических работах для устранения «выползания», а также толчков рекомендуется обогревать главным образом верхнюю часть тигля или чашки, применяя





Рис. 455. Змеевик для обогревания тиглей паром.



Рис. 456. Приспособление для предотвращения «ползучести» при выпаривании водных растворов.

для этих целей спираль из медной или латунной трубки. Кольца этой спирали, в которую вставляют тигель или чашку, находятся на уровне жидкости или чуть выше его (рис. 455). Обогрев в таком случае проводят паром.

Для предотвращения «ползучести» при выпаривании водных растворов твердых веществ пользуются приспособлением из двух фарфоровых чашек, помещенных одна в другую, из которых внутренняя немного меньше внешней и более плоская (рис. 456). Выпариваемый раствор наливают во внутреннюю чашку, а наружную подогревают. Так как при этом края внутренней чашки нагреваются быстрее, чем дно, то выпавшая корочка кристаллов начинает просыхать сверху вниз и препятствует «ползучести» вещества.

Точно такое же явление наблюдается при нагревании выпарительной чашки на кольцевой газовой горелке.

В редких случаях, когда нагревание до относительно высокой температуры может привести к разложению веществ, выпаривание проводят под уменьшенным давлением. Для этой цели применяют особый аппарат (рис. 457).

Он представляет собой сосуд *1*, вставленный в масляную или водяную баню *4*. В горло сосуда на пробке вставлена насадка *2* с пароотводной трубкой (подобно колбе Вюрца). В насадку вставляют капельную или делительную воронку *3* с длинным концом, доходящим почти до дна сосуда. Аппарат собирают так же, как и установку для вакуум-перегонки (см. стр. 496). Раствор, подлежащий упариванию, наливают в аппарат через делительную или капельную воронку.



Рис. 457. Аппарат для выпаривания под вакуумом:

1 — сосуд; *2* — насадка с пароотводной трубкой; *3* — капельная или делительная воронка; *4* — масляная или водяная баня.

Для ускорения кипения при выпаривании растворов, содержащих объемистые осадки, и нагревания аморфных масс или кашицы из мелких кристаллов для получения более крупных рекомендуется применять приспособление, изображенное на рис. 458. Оно состоит из широкой воронки, имеющей ножки высотой до 5 *мм*, и насадки цилиндрической формы с 4—5 отверстиями. Это приспособление ставят на дно соответствующих по размеру стакана или выпарительной чашки, по возможности покрывая почти все дно. Приспособление должно быть целиком погружено в жидкость. При нагревании сосуда пузырьки пара и воздуха поднимаются вверх по воронке и своим током увлекают через отверстия насадки частицы осадка. Циркуляция осадка вверх и вниз по воронке препятствует образованию толчков и разбрызгиванию жидкости.

При выпаривании для устранения опасности перегрева жидкости применяют прибор, изображенный на рис. 459. Аппарат состоит из U-образной трубки *1*, *2* (рис. 459, *а*), помещаемой в водяную или другую баню *3*. Концы трубки соединены с пароотделителем *4*, снабженным патрубком *5* для отвода паров в холодильник (нисходящий) или в воздух. Жидкость непрерывно испаряется из колена *2*. Благодаря непрерывному движению жидкости кипение происходит лишь на поверхности последней, чем устраняется вспенивание.

Чтобы избежать обратного тока жидкости, можно нагревать лишь часть *2* (рис. 459, *в*) или же обернуть колено *1* изолирующим материалом, или сконструировать колено *2* из двух трубок (рис. 459, *б*), увеличив этим поверхность испарения. Чем длиннее U-образная трубка и чем глубже она помещена в баню, тем интенсивнее идет выпаривание.

Аппарат заполняют раствором, подлежащим выпариванию, через патрубок *5*, для этого в пароотделителе нужно создать небольшой вакуум.

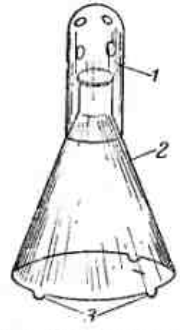


Рис. 458. Приспособление Шиффа:

1 — насадка с отверстиями; *2* — воронка; *3* — ножки.

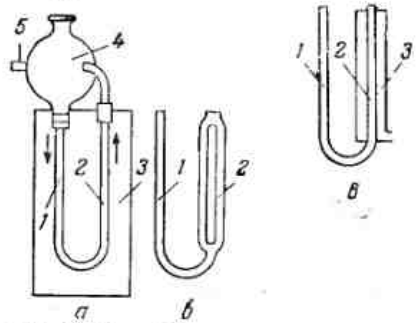


Рис. 459. Прибор Панкрата для выпаривания:

а — схема прибора; *б* — U-образная трубка с коленом из двух трубок; *в* — U-образная трубка с коленом, помещенным в водяную баню; *1*, *2* — U-образная трубка; *3* — баня; *4* — пароотделитель; *5* — патрубок.

Аппарат можно применять для работы как под обыкновенным давлением, так и под уменьшенным.

Небольшие модели такого аппарата очень удобны при всякого рода микроопределениях так как после отгонки растворителя оставшееся в U-образной трубке *1*, *2* вещество может быть взвешено вместе с прибором. Определив заранее массу прибора, по разности можно определить массу вещества.

Небольшие количества жидкости (около 50 *мл*) удобно выпаривать при помощи специальной выпарительной чашки с рубашкой, диаметром около 70 *мм* (рис. 460). Нагревание в этих чашках можно проводить при помощи паров таких веществ, как нафталин, бензохинон или сера, или же высококипящими жидкостями. Выпарительную чашку укрепляют в горле колбы емкостью около 250 *мл*,

содержащей теплоноситель и нагреваемой на электроплитке или на какой-либо бане. Рубашка выпарительной чашки имеет отвод, в котором можно укрепить или обратный холодильник, или просто стеклянную трубку (воздушный холодильник).

Иногда выпаривание проводят в сушильном шкафу. Для этого выпарительную чашку со взятым раствором (обычно в небольшом количестве) помещают в сушильный шкаф, в котором поддерживают соответствующую температуру.

В сушильном шкафу можно выпаривать преимущественно водные растворы или подсушивать влажные осадки, содержащие большое количество воды. *Органические огнеопасные жидкости выпаривать в сушильном шкафу не рекомендуется*. Эфирные, бензольные, ацетоновые растворы выпаривать в сушильных шкафах, даже электрических, совершенно недопустимо, так как при этом возможен взрыв.

Пары некоторых органических веществ образуют с воздухом взрывоопасные смеси, взрывающиеся от искры и в некоторых случаях даже при небольшом повышении температуры. Для каждого такого органического растворителя существует свой верхний и нижний предел взрывоопасных концентраций в воздухе. В таблицах, приводимых в специальных справочниках, указываются минимальные концентрации паров органических веществ в воздухе, ниже которых смесь их с воздухом не является взрывоопасной, и максимальные, выше которых смесь их с воздухом также не взрывоопасна.

Пример. Объем сушильного шкафа равен 0,02 $м^3$, и в нем сушат вещество, содержащее ацетон. Минимальная взрывоопасная концентрация паров ацетона равна 60,5 $г/м^3$ воздуха, максимальная 218 $г/м^3$. Чтобы образовалась взрывоопасная смесь в этом случае, количество паров ацетона в объеме шкафа должно быть: для нижнего предела $60{,}5 \cdot 0{,}02 = 1{,}21$ *г*; для верхнего предела $218 \cdot 0{,}02 = 4{,}36$ *г*. Если воздух, находящийся внутри шкафа, будет содержать ацетона меньше 1,21 *г* или больше 4,36 *г*, то опасность взрыва уменьшается, но не исключается.

Для выделения малых количеств растворенных веществ из больших объемов растворов в летучих растворителях с полной рекуперацией их рекомендован прибор, изображенный на рис. 461.

Делительную или капельную воронку *5* укрепляют в аллонже *4* на резиновой или корковой пробке. Конец

воронки должен не доходить до узкой части аллонжа на 1,5—2 *см*. Аллонж *4* имеет отводную согнутую под углом трубку для соединения с холодильником *6*. Узкую трубку аллонжа на пробке вставляют в широкую пробирку *3*, опущенную в баню *1*. На дно этой пробирки помещен колокол Гернеца *7* для создания равномерного кипения жидкости и предупреждения выбросов. Колокол Гернеца можно заменить так называемой кипятильной палочкой.

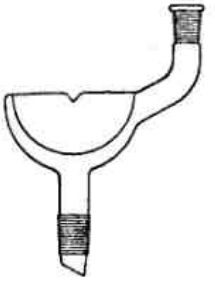


Рис. 460. Прибор для выпаривания небольших количеств жидкостей.

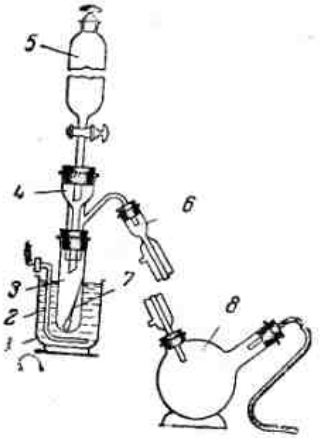


Рис. 461. Прибор для выпаривания:

1 — баня; *2* — нагревательный элемент; *3* — пробирка; *4* — аллонж; *5* — делительная или капельная воронка; *6* — холодильник; *7* — колокол Гернеца; *8* — приемник.

Выпаривание органических огнеопасных жидкостей следует проводить «беспламенным» способом, используя для этого закрытые электроплитки. Водяную или иную баню, применяемую для нагревания широкой пробирки, предварительно нагревают на электроплитке или же нагревательный элемент, если позволяют обстоятельства, помещают в баню под пробирку, как показано на рис. 461.

В качестве приемника можно использовать или двухгорлые колбы, или склянку Вульфа, или другой аналогичный прибор, оборудовав его так, как показано на рис. 461.

Много трудностей вызывает упаривание растворов термочувствительных веществ, т. е. таких, которые мо-

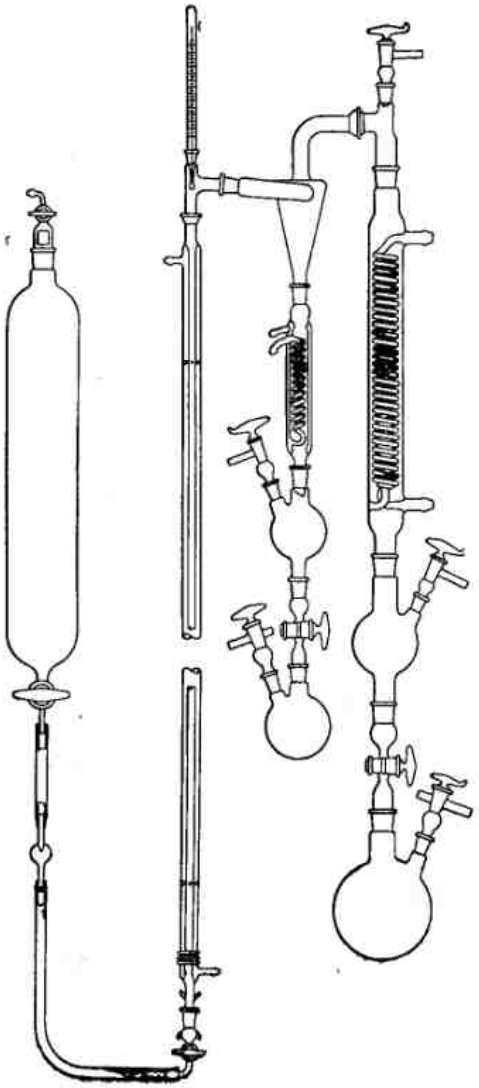


Рис. 462. Схема вертикального пленочного испарителя.

гут изменяться при нагревании, иногда даже небольшом. Для выпаривания растворов таких веществ применяют специальные аппараты, в том числе так называемые пленочные испарители. Они бывают или горизонтальные, или вертикальные (рис. 462). Для того

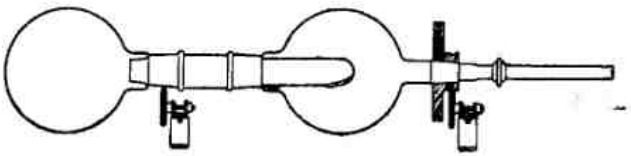


Рис. 463. Схема горизонтального пленочного испарителя.

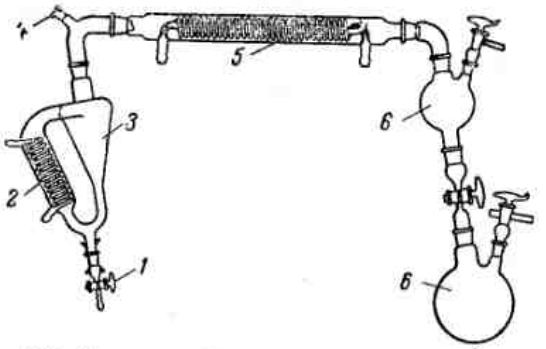


Рис. 464. Схема прибора для выпаривания с циркуляцией:

1 — кран для стока упаренного раствора; *2* — обогревающая спираль; *3* — циклон; *4* — место для термометра; *5* — холодильник; *6* — приемники.

чтобы избежать распада растворенного вещества, упаривание лучше всего проводить с применением вакуума.

Горизонтальные пленочные испарители (рис. 463) бывают постоянно вращающиеся, причем скорость вращения должна быть небольшой (несколько оборотов в минуту).

Для упаривания небольших объемов (500 *мл*) жидкости при постоянной циркуляции применяют прибор, изображенный на рис. 464. Упариваемую жидкость нагревают горячей водой или паром, пропускаемым через спираль. Нагреваемую часть соединяют с коническим сосудом-циклоном *3*, что вызывает постоянную циркуляцию жидкости. Это препятствует образованию корочки, мешающей испарению жидкости. Упаренную жидкость

спускают через кран *1*. Если объем жидкости уменьшится настолько, что циркуляция прекратится, то в циклон добавляют новую порцию упариваемой жидкости. Пары растворителя конденсируются в холодильнике, и образовавшаяся жидкость поступает в приемник.

Этот прибор особенно удобен для упаривания растворов термочувствительных веществ, так как упаривание можно проводить под вакуумом.

Выпаривание жидкостей можно проводить, пользуясь инфракрасной лампой мощностью 250 *вт*. Для этой цели пригоден прибор, показанный на рис. 465. В небольшой кристаллизатор *1* диаметром около 15 *см* и высотой 7,5 *см* помещают стеклянную крышку *2*, имеющую подводящую трубку *3*, через которую вдувают очищенный профильтрованный воздух или, если это необходимо, инертный газ. Такую стеклянную крышку можно сделать из другого кристаллизатора, но меньшего диаметра (14 *см*). Стеклянную крышку помещают на стеклянной подставке.

Пары испаряющейся жидкости удаляются через пространство между кристаллизатором и крышкой. При работе с таким испарителем исключается возможность загрязнения остатка после выпаривания и, кроме того, сам процесс выпаривания ускоряется. Жидкость в кристаллизатор нужно наливать в таком количестве, чтобы между уровнем жидкости и крышкой оставалось пространство для выхода паров жидкости.

Для упаривания фильтратов и промывных вод следует пользоваться стаканами, но не коническими колбами. Жидкость, налитая в стакан, должна занимать не более $^2/_3$—$^3/_4$ его объема. Упаривать наиболее удобно на песочной бане. Упариваемый раствор следует иногда перемешивать стеклянной палочкой. Если этого не делать, может произойти внезапное вскипание и выброс жидкости. Такое вскипание особенно часто происходит, если упаривают в конических колбах.

При упаривании не следует допускать сильного кипения жидкости, так как это также связано с опасностью потери ее в результате разбрызгивания. Слабое кипение допустимо, но и оно нежелательно.

Некоторое затруднение может вызвать выпаривание больших объемов жидкостей с целью выделения растворенных в ней твердых веществ, например выпаривание очень разбавленных водных солевых растворов. Чтобы

избежать применения громоздких выпарительных чашек и других подобных приспособлений, собирают прибор, состоящий из кварцевого, стеклянного, фарфорового или металлического стакана, капельной воронки и горелки или электроплитки (рис. 466).

Жидкость, подлежащую выпариванию, наливают в капельную воронку при помощи химической воронки. Конец капельной воронки опускают внутрь стакана до по-

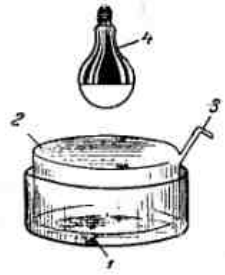


Рис. 465. Прибор для выпаривания жидкостей при помощи инфракрасной лампы:
1 — кристаллизатор; *2* — крышка; *3* — газоподводящая трубка; *4* — инфракрасная лампа.

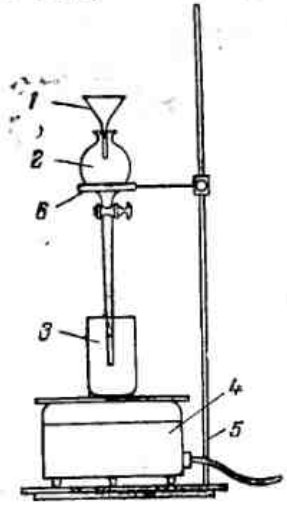


Рис. 466. Схема прибора для выпаривания больших количеств жидкости:
1 — химическая воронка; *2* — капельная воронка; *3* — стакан; *4* — электроплитка; *5* — штатив; *6* — кольцо для крепления воронки.

ловины его высоты. Включают обогрев и, когда дно стакана нагреется, открывают кран капельной воронки так, чтобы жидкость вытекала со скоростью 3—4 капли в секунду. Температуру обогрева можно регулировать или толщиной абсестового слоя, подложенного под стакан, или при помощи реостата (для электрообогрева), или величиной пламени газовой либо другой горелки.

Иногда требуется путем упаривания раствора повысить его концентрацию. Для облегчения работы можно заранее подсчитать, до какого объема нужно упарить жидкость.

Пример. Имеется 5%-ный раствор NaCl. До какого объема нужно упарить 1 *л* его, чтобы получить 25%-ный раствор?

Плотность 5%-ного раствора NaCl равна 1,0345 *г/см*³ (при 18,4 °С). Следовательно, в 1 *л* его (т. е. в 1034,5 *г*) содержится:

$$\frac{1034{,}5 \cdot 5}{100} = 51{,}72 \text{ г NaCl}$$

Это же количество соли должно остаться после упаривания в 25%-ном растворе.

Вычислим массу 1 *л* 25%-ного раствора:

$$\begin{array}{l} 100 - 25 \\ x - 51{,}72 \end{array} \quad \text{или} \quad x = \frac{100 \cdot 51{,}72}{25} = 206{,}68 \text{ г} \approx 207 \text{ г}$$

Если плотность 25%-ного раствора NaCl 1,1897 *г/см*³, то объем нужного нам раствора будет равен:

$$\frac{207}{1{,}1897} = 175 \text{ мл}$$

Таким образом, 1 *л* 5%-ного раствора NaCl должен быть упарен до объема 175 *мл*, т. е. должно быть выпарено:

$$1000 - 175 = 825 \text{ мл воды}$$

Общие формулы для этих расчетов имеют следующий вид:

1. Количество соли (K) в растворе (в *г*):

$$K = \frac{V d k}{100}$$

где V — объем исходного раствора;
d — плотность исходного раствора;
k — концентрация исходного раствора, %.

2. Масса (P) раствора после упаривания:

$$P = \frac{K \cdot 100}{p} = \frac{V d k}{p}$$

где p — концентрация раствора после упаривания.

3. Объем (V_1) раствора после упаривания:

$$V_1 = \frac{P}{d} = \frac{V d k}{p d_1}$$

где d_1 — плотность раствора после упаривания.

4. Объем жидкости (V_2), подлежащий испарению:

$$V_2 = V - V_1$$

Плотности растворов могут быть найдены в справочниках.

Повышение концентрации растворенного вещества может быть достигнуто не только испарением растворителя. Для этой же цели используют прием вымораживания. Этот прием* представляет особый интерес для концентрирования летучих и термически нестойких веществ, которые разрушаются даже при сравнительно невысокой температуре. Как известно, растворы замерзают при температуре более низкой, чем температура замерзания растворителя. Однако кристаллизация растворителя начинается до того, как замерзнет весь раствор. Поэтому, охлаждая раствор до температуры, немного не доходящей до температуры, при которой замерзает весь раствор, можно добиться того, что растворитель начнет кристаллизоваться. Раствор (около 1 *л*), подлежащий концентрированию, наливают в стеклянную или пластмассовую склянку и помещают в камеру для охлаждения или в криостат. Процесс вымораживания длится несколько часов, и в результате его в центральной части сосуда образуется сконцентрированный раствор, окруженный как бы оболочкой из замерзшего растворителя. Вымораживаемый раствор необходимо время от времени встряхивать, чтобы предотвратить переохлаждение. Более удобно склянку с раствором соединить с устройством для встряхивания или перемешивания.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Об упрощенном вращающемся испарителе см. Stegemenn H., Chem. Ztg., **81**, № 4, 110 (1957); РЖХим, 1958, № 15, 124, реф. 50162.

Простой вращающийся испаритель, изготовляемый из стандартных стеклянных и полиэтиленовых деталей, описан Brady W., Thomson J. B., Lab. Pract., **8**, № 12, 415 (1959); РЖХим, **1960**, № 15, 163, реф. 61249.

О простом вращающемся пленочном испарителе см. Arnett E. M., Chem. Educ., **37**, № 5, 247 (1960); РЖХим, **1961**, № 1, 160 (60), реф. 1Е81.

О горизонтальном пленочном испарителе см. Anal. Chem., **22**, 1462 (1950).

О вертикальном пленочном испарителе см. Bartholomew W. H., Anal. Chem., **21**, 517 (1949).

О применении центробежно-пленочных аппаратов см. Кафаров В. В., Шатро С. И., Хим. пром., № 8, 17 (1955); Орехов А. П., Химия алкалоидов, Изд. АН СССР, 1955; Вишневский Н. Е., Глуханов Н. П., Ковалев И. С., Аппаратура высокого давления с экранированным электродвигателем, М. — Л., 1956; Барашков С. Г., Медиц. пром. СССР, № 11, 34 (1958); Chem. Eng., № 7, 278 (1955).

О лабораторном пленочном испарителе для быстрого концентрирования разбавленных растворов см. Bush M. T., Analyt. Biochem., **1**, № 3, 274 (1960).

О пленочном испарителе см. Lab. Pract., **15**, № 7, 101 (1963); РЖХим, **1964**, 3Д46.

---

* Он применим в тех случаях, когда растворитель и растворимые вещества не образуют смешанных кристаллов (твердых растворов).

Испаритель для упаривания растворов на водяной бане с регулируемой температурой см. Duboff G. S., Chemist Analyst, 49, № 3, 83 (1960); РЖХим, 1961, № 11, 167, реф. 11Е51.

О выпарном аппарате с водяным обогревом для упаривания растворов после экстракции см. Evans E. G., Lab. Pract., 10, № 6, 403 (1961); РЖХим, 1962, реф. 2Е88.

Об испарителе для полного удаления растворителя см. Coleman M. H., Lab. Pract., 11, № 7, 543 (1962); РЖХим, 1963, реф. 4Д56.

Вибрирующий испаритель описан Момсеэ Цутому, J. Pharmac. Soc. Japan, 83, № 6, 653 (1963); РЖХим, 1964, 6Д72.

Вакуум-испарительный прибор для быстрого упаривания жидкостей описали Силонова Г. В., Лисовская Н. П., Ливанцова Н. Б., Вопросы мед. химии, 10, № 4, 434 (1964); РЖХим, 1965, 15Д27.

Вращающийся вакуумный испаритель описал Carlston R. O., Chem. Educ., 39, № 5, 256 (1962); РЖХим, 1965, 4А69.

О ротационном вакуумном испарителе в исследовательской лаборатории см. Genser F., Richter H., Glas- u. Instr.-Techn., 7, № 11, 620, 622 (1963); РЖХим, 1964, 12Д57.

Вращающийся выпарной аппарат описал Němec I., Chem. listy, 57, № 10, 1074 (1963); РЖХим, 1964, 12Д56.

О концентрировании при помощи замораживания и оттаивания см. Gibor A., Sci., 133, № 3447, 193 (1961).

О вымораживании как безопасном методе концентрирования разбавленных растворов см. Shapiro J., Sci., № 3470, 2063 (1961); РЖХим, 1962, реф. 14Е75.

О концентрировании замораживанием водных разбавленных растворов см. Kobayashi Shigeru, Lee G. F., Analyt. Chem., 36, № 11, 2197 (1964); РЖХим, 1965, 7Г3.

О концентрировании разбавленных растворов методом вымораживания см. Smith G. H., Tasker M. P., Anal. Chim. Acta, 33, № 5, 559 (1965); РЖХим, 1966, 10Г2.

О волюмометрической колбе для выпаривания см. Taussky H. H., Analyt. Biochim., 6, 283 (1963); РЖХим, 1964, 8Д34.

Об удобном и безопасном методе отгонки органических растворителей см. Kamphausen H. A., Chem. Educ., 39, № 4, 208 (1962); РЖХим, 1964, 19А60.

О фотометрическом контроле процесса упаривания см. Смирнов А. В., Зав. лаб., 30, № 10, 1261 (1964); РЖХим, 1965, 9Д97.

О регулировании скорости испарения применением поплавковых тел см. Faggiani S., Schippa G., Calore, 35, № 8, 342 (1964); РЖХим, 1965, 7Д96.

Глава 15

КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ

ОБЩИЕ ПОНЯТИЯ

При охлаждении горячего насыщенного раствора из него выделяется растворенное вещество, и чем ниже температура, до которой охлаждают раствор, тем большее количество кристаллов выпадает в осадок.

Жидкость, которую после этого можно отделить от осадка фильтрованием (так называемый маточный раствор), будет все же насыщенным при данной температуре раствором, из которого можно дополнительно выделить некоторое количество растворенного вещества или при более сильном охлаждении, или путем упаривания, т. е. удаляя некоторую часть растворителя.

Если в растворе находится не одно, а несколько различных веществ, то они могут быть разделены так называемой дробной кристаллизацией. Возможность такого разделения объясняется неодинаковой растворимостью веществ при различных температурах. При некоторой определенной температуре раствор будет насыщенным в отношении одного и ненасыщенным в отношении другого вещества. Естественно, что в то время как первое вещество станет при охлаждении выпадать в осадок, второе еще будет полностью находиться в растворе.

Указанные соображения положены в основу метода очистки кристаллических веществ путем кристаллизации.

ПРОВЕДЕНИЕ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Чтобы перекристаллизовать какое-либо вещество, его растворяют в подходящем растворителе, нагретом до кипения, стараясь получить концентрированный или даже

насыщенный при данной температуре раствор. Если раствор содержит какие-либо механические примеси или муть, его отфильтровывают через воронку для горячего фильтрования (см. выше), причем приемником может служить кристаллизатор, фарфоровая чашка, коническая колба или стакан. Если же полученный раствор совершенно прозрачен и не содержит механических примесей, фильтрование излишне и даже вредно, так как оно неизбежно связано с потерей некоторого количества кристаллизуемого вещества.

При перекристаллизации стараются получить вещество в кристаллах некоторого среднего размера (не очень крупных и не очень мелких). Крупные кристаллы обычно содержат включения маточного раствора с находящимися в нем примесями, в результате чего перекристаллизованное вещество оказывается загрязненным. Наоборот, очень мелкие кристаллы, будучи свободными от этих включений, образуют густую кашицу; между отдельными кристаллами последней очень прочно удерживается маточный раствор, отмыть который полностью без большой потери вещества не удается. Кроме того, установить кристаллическую структуру очень мелких кристаллов затруднительно (даже под микроскопом), а это лишает исследователя возможности использовать один из важных критериев чистоты вещества — его кристаллическую структуру и однородность образованных кристаллов. В общем можно рекомендовать получать кристаллы таких размеров, чтобы структура их была ясно видна при увеличении в 50—100 раз. Величина отдельных кристаллов, выделяющихся при перекристаллизации, зависит от скорости охлаждения раствора. Если раствор охлаждается медленно, то образующиеся кристаллы постепенно растут и могут достигнуть иногда очень больших размеров и, наоборот, при быстром охлаждении образуются мелкие кристаллы.

Для быстрого охлаждения раствора при кристаллизации кристаллизатор (или другой приемник) помещают в холодную воду, снег или лед. Если при быстром охлаждении кристаллы все же не выделяются, образование их можно вызвать, потерев стеклянной палочкой изнутри о стенку сосуда или же внеся самое незначительное количество вещества в охлажденный раствор. В последнем случае бывает достаточно кристаллика величиной с пылинку.

Если при кристаллизации образовались очень мелкие кристаллы, их снова растворяют при нагревании и сосуд, в котором проводилось растворение, сразу же обертывают полотенцем, накрывают часовым стеклом (выпуклой стороной наружу) и оставляют стоять в полном покое.

Выпавшее при кристаллизации вещество отделяют от маточного раствора путем фильтрования под вакуумом; тщательно отжимают на воронке плоской стороной стеклянной пробки и промывают небольшим количеством чистого холодного растворителя. Маточный раствор упаривают до половины и снова выделяют новую порцию вещества, как это было описано выше.

Отфильтрованные кристаллы высыпают на фильтровальную бумагу, равномерно распределяют по ней, сверху закрывают другим листом фильтровальной бумаги и сушат на воздухе. Если вещество не теряет кристаллизационной воды (перекристаллизация из воды), то его можно сушить в эксикаторе. Вещества, расплывающиеся на воздухе, быстро отжимают на пористой глиняной тарелке и перекладывают в банку с притертой пробкой.

Когда перекристаллизацию ведут не из воды, а из какого-нибудь органического растворителя, например спирта или бензола, *необходимо принимать меры, чтобы при нагревании и фильтровании раствора не возник пожар.*

Трудной задачей при кристаллизации является определение нужного объема растворителя. Как уже указывалось, желательно получить наиболее концентрированный горячий раствор. Если растворимость кристаллизуемого вещества при различных температурах известна, задача упрощается, так как потребное количество растворителя можно подсчитать. Если же, что является более частым случаем, растворимость вещества неизвестна, поступают следующим образом.

К колбе соответствующего размера подбирают пробку, в которую вставляют стеклянную трубку длиной не менее 75 *см*. Эта трубка служит холодильником.

Взвесив кристаллизуемое вещество, высыпают примерно половину его в колбу с холодильной трубкой. Определенное количество (по объему) растворителя приливают небольшими порциями в колбу и после прибавления каждой порции содержимое колбы нагревают до кипения (как описано ниже). Так поступают до тех пор, пока все находящееся в колбе вещество не перейдет при нагревании в раствор. При этом не нужно забывать, что кристал-

лизуемое вещество может содержать примеси, не растворимые в данном растворителе. Поэтому, когда основная масса вещества растворится, оценивают на глаз, какая часть его осталась нерастворенной. Зная объем взятого растворителя, добавляют в колбу количество его, пропорциональное остающемуся нерастворенному осадку. Если последний при этом не перейдет в раствор, можно считать его посторонней примесью, которая должна быть отделена при последующем фильтровании. Если же при прибавлении растворителя весь осадок перейдет в раствор, небольшими порциями добавляют в колбу оставшееся вещество до тех пор, пока при нагревании не будет оставаться небольшой нерастворяющийся остаток. Этот остаток растворяют при нагревании, добавляя снова соответствующее количество растворителя. Можно считать, что приготовленный таким путем горячий раствор насыщенный. Тогда взвешивают оставшееся вещество, измеряют объем оставшегося растворителя и по разности масс и объемов находят количество растворителя, требующееся для растворения всего взятого вещества. Всыпают оставшееся количество последнего в колбу, прибавляют соответствующее количество растворителя и растворяют при кипячении.

Нужно обратить внимание на способ нагревания колбы при растворении. Закрыв колбу пробкой с холодильной трубкой, нагревают колбу на водяной или другой бане (в зависимости от температуры кипения растворителя), горелку гасят до начала кипения растворителя. Нагревание продолжают еще в течение нескольких минут, после чего смотрят (как указано выше), достаточно ли взято растворителя. Так поступают при каждом новом нагревании. Когда в колбу введено все количество вещества и взят нужный объем растворителя, горячий раствор в случае необходимости быстро фильтруют через воронку для горячего фильтрования (горелка погашена) в кристаллизатор или стакан.

При охлаждении раствора и выпадении кристаллов их отфильтровывают, отжимают или сушат.

Для более тщательной очистки перекристаллизацию приходится проводить несколько раз. Следует заметить, что с каждой новой перекристаллизацией количество вещества будет уменьшаться, так как потери при кристаллизации неизбежны, как бы тщательно она ни велась.

Когда перекристаллизацию ведут из какого-либо органического растворителя, то упаривание раствора проводят, как указано на стр. 541.

После фильтрования горячего раствора фильтр следует промыть небольшим количеством чистого нагретого растворителя. Таким образом удается уменьшить потери кристаллизуемого вещества.

ОХЛАЖДЕНИЕ

Иногда в лаборатории приходится вести охлаждение до температур ниже 0 °С. Для этих целей пользуются так называемыми о х л а ж д а ю щ и м и с м е с я м и.

Имеется немало различных рецептов изготовления таких смесей. Наиболее распространенными и легко доступными являются следующие охлаждающие смеси.

1. Смешивают 3 части снега или толченого льда с 1 частью поваренной соли. Эта охлаждающая смесь может дать температуру —21 °С. Когда нужна более высокая температура, можно изменять соотношение соли и льда. Иногда сосуд с раствором обкладывают льдом или снегом, посыпав их солью.

Ниже приводятся температуры, которые можно получить, изменяя соотношение соли и льда:

Содержание соли, %	6	8	10	12	14	16
Температура смеси, °С	—3,5	—4,9	—6,1	—7,5	—9,0	—10,5

Содержание соли, %	18	20	22	26	28
Температура смеси, °С	—12,1	—13,1	—15,7	—18,6	—19,3

2. Смешивают 1,5 ч. хлористого кальция ($CaCl_2 \cdot 6H_2O$) с 1 частью снега. Эта смесь может дать температуру до —55 °С.

3. Смешивают концентрированную серную кислоту со снегом.

4. Смешивают твердую углекислоту (сухой лед) и диэтиловый эфир; температура смеси может достигать —78 °С. Вместо эфира можно применять ацетон или даже денатурат.

5. Смешивают 1 часть азотнокислого аммония с 1 частью снега. Достигаемое охлаждение до —20 °С.

Для достижения очень низких температур иногда применяют сжиженные газы, из которых раньше широко применялся жидкий воздух и жидкий кислород. Однако

в настоящее время для этих целей разрешается пользоваться только *проверенным жидким* азотом, не содержащим примесей. Это вызвано тем, что жидкий воздух и жидкий кислород могут пропитывать пористые материалы (уголь, сажу, вату, шерсть, опилки и т. д.), а также замороженные масла, керосин, бензин и др. горючие жидкости, образуя с ними взрывоопасные вещества.

По этой же причине запрещено применять жидкий воздух и жидкий кислород для охлаждения ловушек на вакуумных системах с паромасляными насосами.

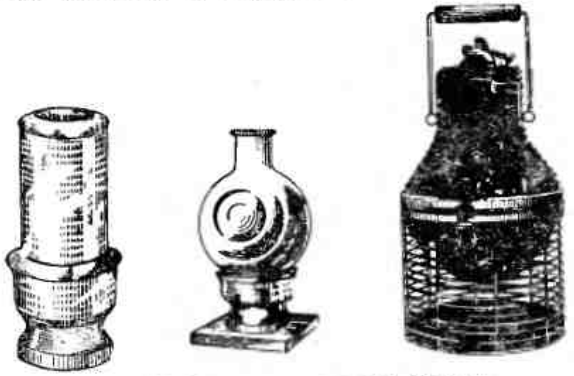


Рис. 467. Стеклянные сосуды Дьюара.

Жидкие газы, в том числе и жидкий азот, хранят и перевозят в так называемых сосудах Дьюара.

Они представляют собой двухстенные сосуды, стеклянные или металлические, у которых пространство между стенками эвакуировано. Для защиты от теплоизлучения внутренние стенки сосудов посеребрены или покрыты медью, чтобы зеркальная поверхность отражала лучи. Иногда в продольном направлении, если только это возможно, в зеркале оставляют свободную щель, через которую можно видеть внутренность сосуда.

Сосуды Дьюара бывают двух форм (рис. 467) цилиндрические, на деревянной подставке, емкостью от 250 до 3700 $см^3$, внутренним диаметром от 40 до 120 *мм* и высотой от 240 до 415 *мм*; шарообразные, в защитном проволочном или металлическом кожухе, емкостью от 500 до 5000 $см^3$, высотой от 225 до 400 *мм*, наружным диаметром от 120 до 245 *мм* и высоким узким горлом диаметром от 20 до 50 *мм*. Сосуды Дьюара выполняют из стекла или

металла. Последние особенно удобны для перевозки и хранения жидких газов (рис. 468).

К металлическим сосудам Дьюара предъявляют очень высокие требования: они должны иметь хорошую теплоизоляцию, быть механически прочными, простыми в пользовании и удобными как для заполнения, так и опорожнения сосуда.

Эти сосуды состоят из двух концентрически расположенных одни в другом шаров (рис. 469). Пространство между шарами эвакуировано и заполнено адсорбентом,

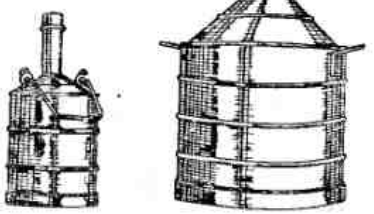


Рис. 468. Металлические сосуды Дьюара.

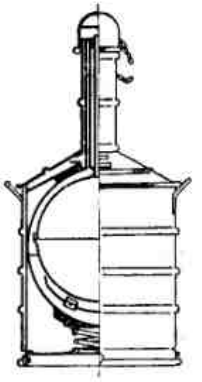


Рис. 469. Устройство металлического сосуда Дьюара.

поглощающим газы, которые с течением времени могут просачиваться через металлические стенки. Давление в эвакуированном пространстве должно быть менее 10^{-4} *мм рт. ст.* Оба шара имеют узкие длинные горла, соединенные между собой в верхней части так, что внутренний шар может свободно качаться во внешнем. Для того чтобы предотвратить переход тепла, горло должно быть изготовлено из материала с очень низкой теплопроводностью. Кроме того, внутреннюю поверхность малого шара покрывают серебряным зеркалом.

Двухстенный сосуд имеет защитную оболочку из оцинкованной жести, иногда его покрывают с алюминиевой бронзой для улучшения отражения тепловых лучей. Горло сосуда Дьюара неплотно закрывают колпаком, не препятствующим улетучиванию испаряющегося газа. Как

правило, сосуд, заполненный жидким газом, нельзя плотно закрывать твердой, непроницаемой для газов пробкой. Наполненный газом сосуд чувствителен к механическим воздействием, это необходимо учитывать при его перевозке. У поврежденного сосуда скорость испарения жидких газов всегда повышена.

О зависимости количества испаряющегося из сосудов жидкого кислорода от объема сосудов при перевозке можно судить по следующим данным:

Емкость, *л*	2,7	5	10	15	25
Испарение из спокойно стоящего сосуда в 1 *ч*					
в *г*	25	30	45	50	65
в %	0,8	0,53	0,4	0,3	0,23

Отсюда следует, что для перевозки и хранения жидких газов целесообразно применять сосуды большой емкости.

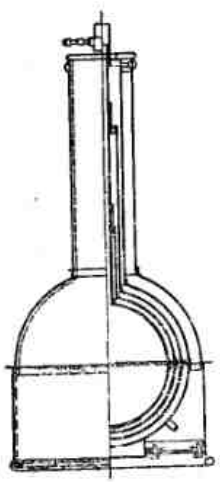


Рис. 470. Схема принципиального устройства металлического сосуда Дьюара для перевозки водорода и неона.

Для хранения и перевозки жидких неона и водорода, имеющих малую теплоту испарения, нужны особые приспособления для изоляции и охлаждения. На рис. 470 показана конструкция сосуда, охлаждаемого испаряющимися жидкими газами, образующими защитный слой в дополнительном вакуумированном пространстве. Сосуд с полезной емкостью 2,7 *л* в результате испарения теряет в 1 *ч*: N_2 — 0,3, Ne — 0,4, H_2 — 0,6, He — 1,0%.

Наполнение стеклянных сосудов Дьюара жидкими газами связано с опасностью взрыва. Для предотвращения несчастных случаев при взрыве необходимо пользоваться защитными очками или защитной ширмой из плексигласа. Особую осторожность нужно проявлять при заполнении сосуда Дьюара в первый раз. Совершенно недопустимо, чтобы капли жидкого газа оставались на верхнем крае сосуда, так как спаи стекла особенно чувствительны к разнице температур. Вначале в сосуд наливают незначительное количество жидкого газа и ждут когда движение жидкости на дне сосуда прекратится. Затем легкими кругообразными движениями сосуда Дьюара добиваются того, чтобы вся внутренняя стенка сосуда постепенно охладилась до низкой температуры. Только после этого осторожно проводят дальнейшее наполнение. Более безопасным методом является передавливание жидких газов нагнетанием воздуха при помощи резиновой груши.

Чтобы предотвратить взрыв при перемешивании сосуда Дьюара с холодильной смесью из CO_2 и органической жидкости, который возможен вследствие замерзания последней на стенках и дне сосуда, рекомендуется предварительно до помещения холодильной смеси, сбрызгивать внутреннюю поверхность сосуда силиконовым аэрозолем.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О кристаллизации см. Берлин А. Я., Техника лабораторных работ в органической химии, Госхимиздат, 1952; Физер Л., Линстед Р., Современные методы эксперимента в органической химии, Госхимиздат, 1960.

О лабораторном рекристаллизаторе для очистки неорганических веществ см. Soderholm L. G., Design News, **16**, № 12, 4 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 5Е109.

О физико-химических основах кристаллизации см. Láger L., Sb. praci anorg. chem., № 4, 1 (1960); РЖХим, **1962**, реф. 9Б453.

О кристаллизации из растворов см. Mýl J., Sb. praci anorg. chem., № 4, 21 (1960); РЖХим, **1962**, реф. 9Б455.

О ползучести кристаллизующихся солей, Kolarow N., Monatschr. Chem., **93**, № 4, 851 (1962); РЖХим, **1964**, 2Б237.

О приборе для перекристаллизации солей в отсутствие кислорода воздуха см. Заводнов С. С., Гидрохим. материалы, **35**, 200 (1963); РЖХим, **1964**, 5Д13.

О непрерывной кристаллизации в колонках см. Schildknecht H., Maas K., Wärme, **69**, № 4, 121 (1963); РЖХим, **1964**, 6Д71.

О расчетах, связанных с перекристаллизацией, см. Гинзбург В. Д., Труды Вологод. молочн. ин-та, вып. 48, 241 (1963); РЖХим, 1965, 13АЭ77.

Хладоагенты для низкотемпературных бань описал Rondeau R. E., J. Chem. und Eng. Data, **11**, № 1, 124 (1966); РЖХим, **1966**, 16Д29.

Об аппаратуре для кристаллизации и фильтрования в инертной атмосфере см. Kowala C., Chem. a. Ind., № 25, 1029 (1966); РЖХим, **1966**, 24Д32.

Об усовершенствованных стеклянных сосудах Дьюара для низкотемпературных исследований см. Nat. Bur. Standards Techn. News Bull., **42**, № 6, 69 (19032); РЖХим, **1963**, реф. 4Д21.

Об усовершенствовании сосудов Дьюара для низкотемпературных исследований см. Lorant M., Chem. Rundschau, **16**, № 6, 167 (1963); РЖХим, **1964**, 2Д41.

Глава 16

ВЫСУШИВАНИЕ

ОБЩИЕ ПОНЯТИЯ

Содержание воды в веществах во многих случаях оказывается нежелательным, так как она может задерживать течение некоторых реакций или же вызывать ряд побочных реакций, мешающих основной.

Определяя содержание воды в веществе, можно получить ценные данные для его характеристики (например, судить о степени чистоты вещества, если оно дает с водой характерное кристаллизационное соединение). Поэтому в лабораториях часто приходится иметь дело с операциями, назначением которых является удаление воды из того или иного вещества.

Процесс удаления остатков воды — обезвоживание (а также остатков органических растворителей) называют высушиванием (в широком смысле слова).

По состоянию вещества следует различать высушивание: а) газов, б) жидкостей (главным образом органических) и в) твердых тел.

В одних случаях вода образует с веществом механическую смесь, и значительную часть ее можно удалить механическим путем, например отжимом. В других случаях она образует с веществом химическое соединение, входя в него во вполне определенном количестве; примером может служить кристаллизационная вода. Такая вода иногда бывает связана с веществом очень непрочно, и удаление ее не вызывает особых трудностей; иногда же удаление ее весьма сложно.

Высушивание путем адсорбционного поглощения воды применяется главным образом при работе с газами и парами. Ряд веществ с сильно развитой поверхностью адсорбируют пары воды и почти не адсорбируют высушиваемые

вещества. Пропуская газ через такой адсорбент, удается задержать пары воды. При этом следует помнить, что адсорбент способен поглощать не бесконечное количество паров воды, т. е. он имеет свой предел насыщения водяными парами. Отработанный адсорбент необходимо сменить.

Высушивание с помощью молекулярных сит. В качестве молекулярных сит применяют так называемые цеолиты, которые имеют особую структуру, позволяющую им служить молекулярным ситом, т. е. задерживать одни вещества и пропускать другие. Цеолиты являются универсальными адсорбентами — поглотителями, пригодными для высушивания как газов, так и жидкостей. Цеолиты по химическому составу близки к полевым шпатам, их изготовляют главным образом искусственно. Различают несколько марок цеолитов — NaA, CaA и др. В каждом отдельном случае нужно предварительно знать, какой цеолит можно использовать, чтобы получить максимальный эффект.

Высушивание путем химического связывания воды применяется при высушивании газов, паров и жидкостей. Сущность этих способов заключается в том, что вода, присутствующая в качестве примеси в газах, парах или жидкостях, реагирует с третьим веществом (например, металлическим натрием и кальцием, карбидом кальция и др.), индифферентным в химическом отношении к высушиваемому веществу.

Недостатком этого метода является возможность загрязнения высушиваемого вещества продуктами реакции между водой и высушивающим веществом. Поэтому очень часто высушенное вещество приходится очищать от образующихся продуктов реакции. Несмотря на это, высушивание путем химического связывания воды может считаться одним из лучших способов.

Высушивание путем поглощения паров воды гигроскопическими веществами. Этот метод основан на способности некоторых веществ жадно поглощать воду или ее пары, образуя с ней кристаллизационные соединения или в общем случае гидраты.

К таким веществам относятся серная кислота и некоторые соли (например, $CaCl_2$).

Над любым веществом, содержащим воду (даже кристаллизационную), всегда существует определенное дав-

ление паров воды, в значительной мере зависящее от температуры окружающей среды и от свойств самого вещества.

Если над гигроскопическим веществом в закрытом сосуде поместить высушиваемое вещество, первое начнет постепенно поглощать воду из второго. Это — один из самых медленных и осторожных способов высушивания при низкой температуре.

Таким путем высушивают жидкости, газы и твердые тела. Гигроскопические соли вводят непосредственно в высушиваемую жидкость. Однако некоторые соли реагируют с органическими жидкостями; например, спирты образуют с хлористым кальцием двойные соединения. Поэтому для высушивания можно брать только то гигроскопическое вещество, которое не взаимодействует с высушиваемым веществом. После окончания высушивания жидкость отфильтровывают и перегоняют.

К этой же группе способов относится высушивание твердых веществ путем обработки их некоторыми органическими веществами, как, например, этиловым спиртом или ацетоном. В этом случае непременным условием является полная нерастворимость высушиваемого вещества в указанных жидкостях.

Высушивание путем испарения воды при низких температурах применяется при высушивании негигроскопических веществ, не выдерживающих нагревания до 50—60 °С. Высушивание проводится или непосредственно на воздухе, или под вакуумом, причем оно может сопровождаться слабым нагреванием.

Негигроскопические вещества можно сушить на воздухе однако сушка идет очень медленно, и при этом необходимо предохранить высушиваемое вещество от загрязнения; для этого бывает достаточно закрыть его листом чистой фильтровальной бумаги. Непременным условием является распределение вещества тонким слоем; высушиваемое вещество через определенные промежутки времени следует перемешивать. Чем тоньше слой, тем быстрее происходит высушивание. Можно ускорить высушивание при низкой температуре и нормальном давлении, если над слоем высушиваемого вещества создать движение воздуха. Для этого существуют специальные сушильные аппараты; в крайнем случае можно воспользоваться небольшим настольным вентилятором.

Высушивание путем испарения воды при нагревании. Наиболее часто используют способы, которые основаны на нагревании высушиваемого вещества до более или менее высокой температуры (обычно 105—110 °С, но иногда и выше).

Медленнее всего проходит окончательное высушивание, и удаление остатков воды часто требует очень продолжительного времени.

Высушивание вымораживанием основано на том, что при охлаждении жидкостей или газов, содержащих воду, последняя образует кристаллы льда, которые могут быть отфильтрованы или отделены каким-нибудь другим приемом, например сливанием. Иногда вымораживание проводят под вакуумом. В результате этого температура кипения воды понижается; пары воды отсасываются или поглощаются.

При всех способах высушивания высушенное вещество следует предохранять от увлажнения (соприкосновение с наружным воздухом, всегда содержащим некоторое количество влаги).

ВЫСУШИВАНИЕ ГАЗОВ

Газы можно высушивать несколькими способами:

1) пропусканием через концентрированную чистую серную кислоту;

2) пропусканием через твердые поглотители, например хлористый кальций, силикагель и др.;

3) вымораживанием.

При высушивании газа концентрированной серной кислотой пользуются склянками Дрекселя, Вульфа или Тищенко. Чистую концентрированную кислоту наливают не более чем на $^2/_3$ высоты сосуда, а в склянку Тищенко не более $^1/_4$ ее объема.

Серной кислотой можно сушить воздух и все газы, с которыми она не реагирует.

Для высушивания газа пропусканием над твердыми веществами можно применять поглотительную колонку или же трубку, описанную в гл. 11 «Фильтрование». При пользовании поглотительной колонкой в шейку ее кладут тонкую металлическую сетку, на которую насыпают поглотитель, например хлористый кальций. Сверху него кладут какой-либо фильтрующий материал, чтобы

задержать частицы обезвоживающего вещества. Для высушивания газов применяют также и U-образные хлоркальциевые трубки. Для осушки газов цеолитами применяют несложные установки. Цеолиты поглощают пары воды и двуокись углерода.

Способ высушивания газов путем вымораживания основан на том, что с понижением температуры понижается и давление водяных паров, содержащихся в данном газе. Для высушивания газов вымораживанием можно применять различные установки. Обычно применяют стеклянные спирали, охлаждаемые или жидким азотом в сосуде Дьюара, или, какой-либо охладительной смесью.

ВЫСУШИВАНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЕЙ

Самым распространенным обезвоживающим средством для органических жидкостей, содержащих небольшое количество воды, является прокаленный хлористый кальций.

Хлористым кальцием нельзя сушить спирты и амины.

Хлористый кальций $CaCl_2$ перед работой обязательно обезвоживают, прокаливая на железной сковороде. Соль насыпают слоем не толще 1—2 *см* и подогревают сильным пламенем горелки. Вначале соль плавится с выделением кристаллизационной воды, а затем последняя постепенно испаряется. Пары воды, прорываясь через слой соли, вызывают разбрасывание ее; поэтому не рекомендуется насыпать толстый слой соли. Когда вся вода испарится, прокаливание продолжают еще некоторое время, затем разбивают спекшуюся соль на более мелкие куски и еще теплой кладут в заранее заготовленную совершенно сухую банку. Банка должна закрываться герметически, чтобы в нее не проникал воздух, всегда содержащий некоторое количество паров воды.

Если банку закрывают корковой пробкой, то ее сверху следует тщательно залить парафином или воском.

В лаборатории должен всегда иметься некоторый запас прокаленного $CaCl_2$.

Для обезвоживания какой-либо органической жидкости берут в зависимости от содержания в ней воды то или иное количество $CaCl_2$. Не следует брать слишком больших количеств соли, так как при этом неизбежны потери обезвоживаемого вещества. Соль в нужном количестве насыпают в сосуд с высушиваемой жидкостью, сосуд плотно закрывают пробкой и несколько раз встряхивают. Затем смесь оставляют стоять в течение не менее 12 *ч*. После этого жидкость сливают в колбу для дистилляции и перегоняют (см. выше). Хлористый кальций можно употреблять неоднократно, если его после каждого использования вновь прокаливать. Поэтому в лабораториях, где часто приходится иметь дело с $CaCl_2$, должны быть банки, куда следует ссыпать отработанную соль; по мере накопления ее вновь прокаливают. Так как при этом сгорают и остатки жидкости, которую сушили этой солью, то прокаливание отработанного $CaCl_2$ следует проводить несколько иначе, чем чистого.

Вначале соль *осторожно* подогревают до удаления паров жидкости и постепенно нагревание увеличивают. В противном случае может возникнуть пожар, особенно если в соли содержатся остатки эфира, ацетона или других легковоспламеняющихся веществ. *Прокаливание следует вести в вытяжном шкафу.*

Из других солей для высушивания органических жидкостей применяют прокаленный сернокислый натрий. Прокаливание его ведут так же, как и $CaCl_2$. Сернокислый натрий Na_2SO_4 не является таким сильным высушивающим средством, как $CaCl_2$.

Для высушивания спиртов применяют сернокислую медь $CuSO_4$ или окись кальция CaO. Сернокислая медь $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ в виде кристаллов голубого цвета содержит кристаллизационную воду; если соль прокалить, то получится безводная соль желтоватого цвета. При увлажнении одна молекула соли сначала присоединяет только две молекулы воды и окрашивается в синий цвет. Зная содержание воды в спирте, можно рассчитать количество $CuSO_4$, необходимое для полного высушивания его.

Пример. Имеется 500 *г* 96%-ного этилового спирта (т. е. спирт содержит 4% воды). Подсчитывают содержание воды в этом количестве спирта:

$$\begin{matrix} 100 - 4 \\ 500 - x \end{matrix} \quad \text{или} \quad x = \frac{4 \cdot 500}{100} = 20\ г$$

Теперь можно подсчитать, сколько нужно взять безводной $CuSO_4$, чтобы обезводить спирт. Молекулярная масса безводной соли равна 159,61.

Одна молекула соли в данных условиях может связать всего две молекулы воды, т. е. 159,61 *г* $CuSO_4$ могут связать $18 \cdot 2 = 36$ *г* воды. Чтобы связать 20 *г* воды, нужно взять соли:

$$\begin{array}{l} 159{,}61 - 36 \\ x - 20 \end{array} \qquad x = \frac{159{,}61 \cdot 20}{36} = 88{,}7 \text{ г}$$

Для полной уверенности следует взять избыток соли: не 88,7 *г*, а 100 *г*.

После добавления к спирту $CuSO_4$ колбу несколько раз встряхивают и затем нагревают на водяной бане с обратным холодильником до тех пор, пока соль не примет светло-голубой цвет. После этого, отделив соль фильтрованием, спирт отгоняют.

Однако получить совершенно безводный, так называемый абсолютный, спирт очень трудно. После просушки его $CuSO_4$ спирт нужно еще раза два-три перегнать с чистой CaO, причем приемник должен быть плотно соединен с холодильником и снабжен хлоркальциевой трубкой с сухим хлористым кальцием.

Но даже и после этого в спирте остается до 0,5% воды, удаление которой является самым трудным. Для удаления этого остатка иногда применяют металлические натрий и кальций.

Самым лучшим обезвоживающим средством для спирта является этилат магния, который можно легко получить при взаимодействии магния и этилового спирта (спирт должен содержать не больше 1% воды) в присутствии небольшого количества иода. Обезвоживание спирта по этому способу проводится следующим образом.

В колбу емкостью 1,5 *л* с обратным холодильником насыпают 5 *г* стружек магния, наливают 65—70 *мл* спирта, прибавляют 0,5 *г* иода (катализатор) и нагревают до растворения последнего, после чего происходит выделение водорода:

$$Mg + 2C_2H_5OH \longrightarrow Mg(OC_2H_5)_2 + H_2\uparrow$$

Когда реакция закончится, к раствору добавляют 800—900 *мл* обычного абсолютного спирта, т. е. такого, в котором содержится 0,5—0,7% воды, кипятят полчаса с обратным холодильником и затем отгоняют абсолютный спирт.

Таким же образом можно обезводить и другие спирты, например метиловый и *н*-пропиловый.

Спирт можно сушить при помощи металлического кальция, пользуясь колбой с обратным холодильником. На 1 *л* спирта добавляют 20 *г* сухих стружек кальция и нагревают на водяной бане до кипения, которое поддерживается в течение нескольких часов, после чего спирт перегоняют с соблюдением всех мер предосторожности, описанных выше.

Вода, бензол и этиловый спирт образуют азеотропную смесь. При содержании этилового спирта, воды и бензола в соотношении 18,5 : 7,4 : 74,1 смесь кипит при 65 °С, что позволяет применять такую смесь для удаления следов воды из спирта.

Для этого к этиловому спирту, содержащему не менее 99% C_2H_5OH, прибавляют сухой бензол. Практически на 1 ч. содержащейся в спирте воды следует взять 11—12 ч. сухого бензола. После этого смесь подвергают фракционной перегонке. Первая фракция перегоняется при 64,85 °С и состоит из спирта, воды и бензола. Вторая фракция кипит при 68,25 °С и состоит из избытка бензола и спирта. Та часть этилового спирта, которая остается в перегонном сосуде, представляет собой абсолютный этиловый спирт.

Обезвоженный спирт следует очень тщательно охранять от действия влаги воздуха. Поэтому, быстро перелив его в хорошо высушенную посуду, ее тщательно закрывают. Этим способом можно обезводить все спирты, кроме метилового.

Полнота обезвоживания спирта может быть определена на основании следующих качественных проб:

а) безводный спирт растворяет едкий барит, образуя окрашенный в желтый цвет раствор;

б) раствор парафина не образует в нем мути;

в) в абсолютном спирте безводная сернокислая медь не изменяет своей окраски.

Для обезвоживания твердых органических соединений (*d*-фруктозы и особенно таких веществ, которые могут размягчаться, плавиться или разлагаться при температуре, необходимой для удаления воды прямым нагреванием) применяют высушивающие вещества. Для этого твердое вещество заливают абсолютным этиловым спиртом, а затем добавляют бензол. Нагревание проводят на водяной бане. Когда отгонится вся жидкость, остатки бензола и спирта удаляют из колбы продуванием сухого воздуха.

Диэтиловый эфир можно обезводить небольшим количеством металлического натрия.

Металлический натрий хранят под слоем керосина, вазелинового масла или толуола в банках. Необходимость такого хранения металлического натрия вызывается следующим: 1) на воздухе он сильно окисляется, 2) *его необходимо изолировать от воды*, так как если на него попадет капля воды, *может произойти взрыв*. Работать с металлическим натрием нужно осторожно. Необходимо позаботиться о том, чтобы около места работы не было воды. *Работать рядом с раковиной или около кранов для воды совершенно недопустимо.*

Керосин, вазелиновое масло и толуол, в которых хранится натрий, должны быть нейтральными и, естественно, не содержать воды.

Работу с металлическим натрием рекомендуется вести следующим образом. Вначале приготовляют несколько кусков фильтровальной бумаги, затем открывают банку с металлическим натрием и пинцетом захватывают один кусок его*.

Этот кусок быстро обжимают фильтровальной бумагой и от него чистым сухим ножом отрезают кусочек нужной величины. Оставшуюся часть тотчас же кладут обратно в банку.

Отрезанный кусочек натрия еще раз обжимают фильтровальной бумагой так, чтобы на нем не оставалось керосина или вазелинового масла. После этого для удаления окиси натрия с поверхности металла срезают чистым сухим ножом тонкий слой («корочку»), обрезки кладут в банку с металлическим натрием. Очищенный кусочек натрия разрезают ножом на несколько более мелких кусочков размером около 2 *мм*³ и затем быстро кладут в эфир или другую жидкость, которую нужно высушить. Колбу закрывают пробкой обязательно с хлоркальциевой трубкой.

После того как натрий пролежит в высушиваемой жидкости 12—24 *ч*, жидкость отгоняют над металлическим натрием. Когда перегонка закончена, остатки металла переносят в банку с керосином или вазелиновым маслом. Лучше иметь отдельную банку, куда следует класть как обрезки («корочки»), так и металл, уже употреблявшийся для работы.

* Ни в коем случае не следует брать металлический натрий незащищенными пальцами во избежание ожога.

Металлический натрий (и калий) рекомендуется также хранить в полиэтиленовой пленке. Натрий помещают в мешочек из полиэтиленовой пленки, имеющей толщину 0,5 *мм* (эта толщина может быть достигнута, если сложить вместе несколько слоев обычной полиэтиленовой пленки), открытый конец мешочка запаивают. Если требуется взять некоторое количество натрия, мешочек вскрывают, выдвигают из него вещество, отрезают чистым ножом кусок и оставшуюся часть снова вдвигают в мешочек, края которого вначале загибают так, чтобы в него не поступал воздух, а потом запаивают. Обрезки натрия можно поместить в этот же или в другой мешочек и герметизировать его запаиванием.

Обрезки и отработанные кусочки металлического натрия могут быть вновь использованы, если их переплавить. Температура плавления металлического натрия 98 °С. Переплавлять натрий на открытом воздухе нельзя. Поэтому переплавку его ведут в жидкости, на которую металлический натрий не действует и которая кипит при температуре не ниже 150 °С. Таким веществом может служить керосин, но еще лучше, т. е. безопаснее, вазелиновое масло. Положив обрезки и куски натрия в одну из этих жидкостей, последнюю нагревают приблизительно до 120 °С. Металлический натрий расплавляется и на дне фарфоровой чашки, в которой происходит нагревание, образуется кусок металла с чистой поверхностью. Если при плавлении получаются отдельные шарики металла, их соединяют при помощи тонкой стеклянной палочки. Когда весь металл сплавится, жидкости дают остыть, затем ее осторожно сливают (но не всю), а натрий захватывают сухим пинцетом и кладут в керосин.

Органические жидкости могут быть также высушены при помощи карбида кальция CaC_2. Карбид кальция разлагается водой с образованием ацетилена и гидроокиси кальция:

$$CaC_2 + 2H_2O = C_2H_2 + Ca(OH)_2$$

Применение карбида кальция для высушивания возможно только в тех случаях, когда высушиваемая жидкость не реагирует ни с CaC_2, ни с C_2H_2, ни с $Ca(OH)_2$. Так как при высушивании карбидом кальция выделяется

газ (ацетилен), то колбу, где проводят высушивание, надо закрывать пробкой с хлоркальциевой трубкой.

Высушивание или проводят непосредственно, насыпая чистый порошкообразный CaC_2 в высушиваемую жидкость (в количестве до 10—15% от массы взятой жидкости в зависимости от содержания воды), или же сушат пары жидкости.

Для высушивания паров жидкости карбидом кальция монтируют прибор, состоящий из колбы, обратного шарикового холодильника и бани. Наливают высушиваемое вещество в колбу и укрепляют ее на бане. В шариковом холодильнике между вторым и третьим или третьим и четвертым шариком помещают тонкую металлическую сетку; в холодильник осторожно бросают кусочки CaC_2 таких размеров, чтобы они свободно проходили по его трубке. Заполнив таким образом два или три шарика, укрепляют холодильник в горле колбы и нагревают ее. Пары вещества, содержащие воду, проходят через слой CaC_2 и по охлаждении и конденсации их в колбу стекает обезвоженное вещество. Обезвоживание проводят в течение 2—3 *ч*, и о конце его можно судить по тому, что порошок или комки карбида начинают расплываться.

Прибор можно собрать и иначе. В колбу Клайзена помещают обезвоживаемую жидкость. Горло колбы, которое соединено с холодильником, заполняют карбидом кальция. Жидкость перегоняют, причем пары ее, проходя через слой карбида, обезвоживаются. Обезвоженную жидкость собирают в приемник, принимая меры к тому, чтобы отогнанная жидкость не поглотила снова паров воды из окружающей среды.

Применяя CaC_2, можно не только обезводить жидкость, но и количественно определить содержание воды в ней; для этого образующийся ацетилен улавливают ацетоном и определяют в виде ацетиленистой меди. По количеству ацетиленистой меди судят о содержании воды в жидкости. Этот способ сушки является одним из лучших. Недостаток его в том, что в обезвоживаемую жидкость попадает ацетилен, от которого можно избавиться только нагреванием.

Следует еще упомянуть об обезвоживании путем вымораживания; таким образом, например, можно обезводить бензол. Последний переходит в твердое состояние при 4 °С. Охлаждая водный бензол до 1 или даже 0 °С, получают кристаллический бензол, а выделившуюся воду сливают.

Заслуживает упоминания так называемый гипсовый способ* для обезвоживания спирта. Кроме того, рекомендовано применение перхлората магния (сильное водоотнимающее средство, превосходящее даже фосфорный ангидрид). Последнее вещество можно применять для высушивания преимущественно химически стойких веществ.

Если высушивающее вещество добавлять к жидкостям, обладающим повышенной вязкостью, то высушивание продолжается длительное время и, кроме того, значительное количество жидкости остается на поверхности твердого вещества. В этих случаях рекомендуется к высушиваемой жидкости добавить подходящий сухой растворитель (например, эфир) и после этого высушивать ее, как указано выше. При последующей перегонке растворитель можно легко удалить.

В очень многих случаях, особенно при анализе органических веществ, при определении углерода и водорода в качестве поглотителя воды применяют безводный сернокислый кальций ($CaSO_4$). Безводный сернокислый кальций получают нагреванием при температуре 225 ± 5 °С двухводного или полуводного сернокислого кальция. Температура, при которой высушивают $CaSO_4$, имеет очень большое значение для получения препарата, пригодного для быстрого поглощения паров воды. Ни в коем случае нельзя допускать нагревание выше указанной температуры. Перед высушиванием $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ или $CaSO_4 \cdot 0{,}5H_2O$ измельчают и просеивают через сито, имеющее ячейки 1—2 *мм*. Отсеянные зерна (но не мелочь, прошедшую серез сито!) помещают в хлоркальциевые трубки, чаще всего U-образной формы, которые нагревают 2—3 *ч* при 225 ± 5 °С с протягиванием через них воздуха, предварительно высушенного над P_2O_5. Скорость протягивания воздуха около 50 *мл/мин*. При взаимодействии $CaSO_4$ с водой образуется полугидрат $CaSO_4 \cdot 0{,}5H_2O$. Безводный сернокислый кальций может поглотить 6,6% воды от всей массы. Его можно много раз регенерировать, он нейтрален, химически инертен и при насыщении водой не расплывается.

---

* Lühder E., Z. Spiritusindustrie S., 7, 67 (1934).

Выбрать подходящее для каждого случая средство для высушивания очень важно, так как при неправильном подборе обезвоживающего вещества можно испортить всю работу. Поэтому важно знать, какие высушивающие средства можно применять для различных веществ.

Применяемые обычно для высушивания неорганические вещества могут быть разделены на следующие группы:

1. Легкоокисляющиеся металлы: Na, Ca.
2. Окиси, легко связывающие воду: CaO, P_2O_5.
3. Гигроскопические гидроокиси: NaOH или KOH.
4. Безводные соли: а) щелочного характера (K_2CO_3), б) нейтрального характера ($CaCl_2$, Na_2SO_4, $CuSO_4$, CH_3COONa).

В табл. 15 даются указания для выбора высушивающего вещества при обезвоживании различных органических жидкостей.

Таблица 15

Вещества, применяемые для высушивания органических жидкостей

Высушивающие вещества	Формула	Можно высушивать	Нельзя высушивать
Металлы	Na	Углеводороды; простые эфиры	Фенолы, основания и аналогичные вещества
	Ca	Спирты	—
Окиси	CaO	Спирты	—
	P_2O_5	Сложные эфиры (для удаления последних следов спирта); хлороформ	Жирные кислоты, пиридиновые основания, кетоны, спирты
Гидроокиси	KOH	Трудноокисляющиеся основания	—
Безводные соли	K_2CO_3	Гидразоны; легкоокисляющиеся основания; сложные эфиры; нитрилы и т. д.	—
	Na_2SO_4	Кислоты; сложные эфиры; фенолы	—
	$CaCl_2$	Углеводороды и их галоидпроизводные; альдегиды и кетоны; нитросоединения; простые эфиры	Спирты, фенолы; некоторые амины и амиды; некоторые жирные кислоты и сложные эфиры

К новым методам обезвоживания относится использование принципа адсорбции воды*. Из органических растворителей воду удаляют, пропуская последние через стеклянную колонку диаметром 15—40 *мм*, наполненную активированной Al_2O_3. По полноте обезвоживания этим методом растворители располагаются в следующий ряд: бензол > хлороформ > диэтиловый эфир > уксусноэтиловый эфир > ацетон. Этиловый спирт этим поглотителем может быть обезвожен до 99,5%.

Вместе с водой Al_2O_3 сорбирует и многие другие загрязнения. Отработанную Al_2O_3 не регенерируют и заменяют свежей.

Очень эффективным способом высушивания органических жидкостей и газов является высушивание при помощи цеолитов, остаточная влажность при этом оказывается равной десятитысячным долям процента.

Цеолит NaA пригоден для глубокой осушки трансформаторного масла, различных фракций нефти, хладоагентов, спиртов, а также очень многих продуктов нефтехимического синтеза.

Цеолит CaA может быть использован для селективного извлечения полярных веществ (H_2O, H_2S, CO_2 и др.).

ВЫСУШИВАНИЕ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ

Высушивание твердых веществ можно проводить на открытом воздухе при обычной температуре, при подогреве и обычном атмосферном давлении, при низкой температуре под уменьшенным давлением, в атмосфере с малым давлением водяных паров (в эксикаторе), в атмосфере инертного газа.

Высушивание на открытом воздухе при обычной температуре. Многие вещества (как неорганические, так и органические) можно сушить на открытом воздухе. Испарение будет происходить до тех пор, пока не наступит равновесие между давлением водяных паров в воздухе и содержанием влаги в твердом веществе.

Таким путем можно сушить, например, хлористый барий. Для этого хлористый барий, отжатый на воронке

* Angew. Chem., **67**, № 23, 741 (1955); РЖХим, **1955**, № 14, 85, реф. 42799; Lab. Sci., 4, № 4, 111 (1956); РЖХим, **1957**, № 8, 95, реф. 26289; Chem. Rund., **11**, № 7, 164 (1958); РЖХим, **1959**, № 1, 163, реф. 1120.

Бюхнера после перекристаллизации, высыпают на чистый лист фильтровальной бумаги и распределяют на нем слоем толщиной не больше 3—5 *мм*. Уминать соль в этом случае нельзя: чем рыхлее она будет разложена, тем скорее и лучше пройдет сушка. Соль сверху накрывают другим листом фильтрованой бумаги, чтобы защитить ее от пыли, и оставляют на 12 *ч*. За этот промежуток времени соль уже значительно подсохнет. Чтобы получить совершенно сухую соль, ее следует через 12 *ч* перемешать чистым шпателем так, чтобы нижние (более влажные) слои попали наверх и чтобы масса оставалась рыхлой. Оставив стоять ее еще на 12 *ч*, получают сухую соль, которую складывают шпателем в банку и закрывают. Если при стоянии в плотно закрытой банке на стенках ее появляются капли воды, значит соль была высушена недостаточно и ее следует вновь подсушить.

Высушивание на воздухе — операция довольно продолжительная, и к ней прибегают только тогда, когда высушиваемое вещество негигроскопично и желают получить вещество рыхлым, сыпучим, без комков или когда вещество разлагается при нагревании.

Высушивание при подогреве и обычном атмосферном давлении. Широко распространено высушивание при подогреве и обычном атмосферном давлении. В этом случае пользуются сушильным шкафом.

Имеется несколько типов лабораторных сушильных шкафов для высушивания при обычном атмосферном давлении.

1. Медные или асбестовые сушильные шкафы с газовым или другим обогревом.

2. Медные сушильные шкафы с водяной рубашкой и газовым обогревом.

3. Электрические сушильные шкафы.

Медные или асбестовые (обыкновенные) сушильные шкафы (рис. 471) с газовым обогревом обычно представляют собой коробку с боковой дверцей. Внутри находится медная полка с вырезанными в ней круглыми отверстиями диаметром приблизительно 1 *см*. В верхней части шкафа имеются два отверстия, одно из которых предназначено для термометра, другое — для циркуляции воздуха. Сушильный шкаф подвешивают на стенку около стола или же ставят на стол на железную подставку. Шкаф обогревают снизу газовой горелкой.

Недостаток такого шкафа заключается в том, что точно регулировать температуру высушивания в нем трудно. Всегда возможен перегрев, и потому при работе с таким шкафом за ним необходим постоянный контроль.

Вещество, подлежащее высушиванию, кладут на полку шкафа в выпарительной чашке или на бумаге. Если высушивание преследует цель удалить воду и вещество «не боится» нагрева, т. е. не распадается и не изменяется при нагревании до 100 — 105 °С, то высушивание ведут именно при этой температуре. Однако следует не сразу доводить температуру до этого предела, а повышать ее постепенно. Это необходимо потому, что если температуру поднять сразу до 105 °С, верхний слой вещества уплотнится и образовавшаяся корка будет препятствовать равномерной сушке.

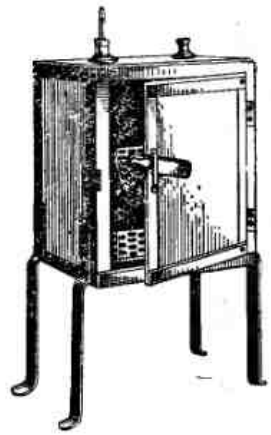


Рис. 471. Сушильный шкаф.

Продолжительность высушивания зависит от количества вещества, толщины слоя его, температуры, правильности проведения сушки.

Чем меньше вещества и чем тоньше слой его, тем скорее идет высушивание. Выгоднее большую партию разбить на ряд мелких, чем высушивать сразу большое количество толстым слоем.

Чем равномернее поднимается температура, тем правильнее и скорее пройдет высушивание.

Все время надо заботиться о том, чтобы сушильный шкаф не перегревался, так как при этом можно испортить высушиваемое вещество. В некоторых случаях относительно постоянный температурный режим можно создать, открывая дверцу шкафа и изменяя ширину щели.

Значительно удобнее сушильные шкафы с двойной стенкой или рубашкой (рис. 472). В пространство между стенками через специальное отверстие в одном из верхних углов шкафа наливают воду. Для наблюдения за уровнем воды в рубашке эти шкафы оборудуют водомерными трубками. Сушильные шкафы такой конструкции нагревают газовыми горелками. Преимущество таких шкафов

заключается в том, что в них можно создать постоянную температуру, не превышающую 100 °С. Регулируя пламя горелки, можно получить довольно постоянную температуру ниже 100 °С. При работе с таким шкафом нужно только позаботиться о том, чтобы в рубашке шкафа постоянно была вода.

Рубашку заполняют водой не полностью, так чтобы при кипении вода не выливалась.

Шкаф с двойными стенками может быть использован и для высушивания при температуре выше 100 °С. Для

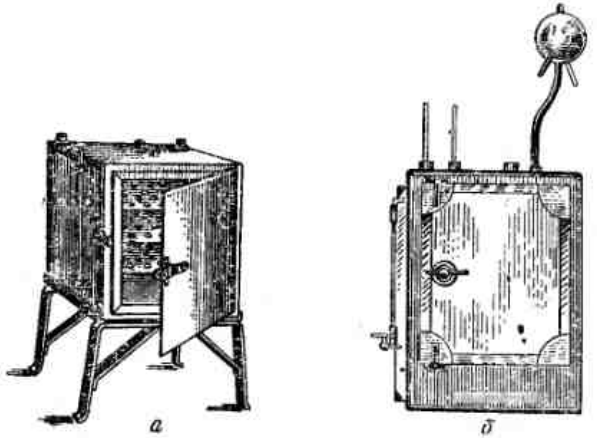


Рис. 472. Сушильные шкафы:
а — с водяной рубашкой; *б* — с водяной рубашкой и с холодильником.

этого в пространство между стенками наливают какую-либо жидкость, кипящую при температуре выше 100 °С, и в отверстии для ввода жидкости укрепляют обратный холодильник.

Наиболее удобны электрические сушильные шкафы. В лабораториях можно встретить различные типы их.

Имеется несколько типов простых сушильных шкафов с электрообогревом. На рис. 473, *а* показан сушильный шкаф № 0. Он состоит из металлического корпуса с теплоизоляционной прокладкой внутри шкафа. В нижней части последнего, внутри, размещены на керамической пластинке нагревательные элементы — спирали, как на обычной электроплитке. Шкаф имеет две полки. Под дверкой шкафа, в нижней части передней стенки, сделана вентиляционная заслонка. На верхней, потолочной, части стенки шкафа имеется отверстие для укрепления термометра. Максимальная температура, которая может быть достигнута внутри шкафа, составляет около 125 °С. Время разогревания до этой температуры около 30—60 *мин*.

Питание нагревательных элементов производится от электросети.

На рис. 473, *б* показан сушильный шкаф Ш-005. Он состоит из корпуса, в котором находится цилиндрическая

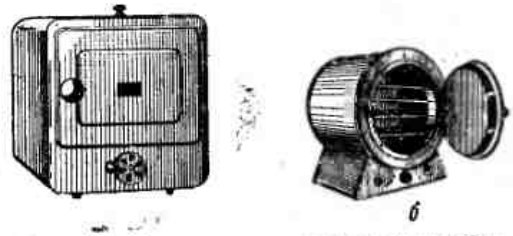


Рис. 473. Электрические сушильные шкафы:
а — шкаф № 0; *б* — шкаф Ш-005.

рабочая камера. Шкаф обогревают при помощи нагревательной проволоки, намотанной на термостойкую микотитовую пластину, находящуюся на наружной поверхности камеры. Пространство между стенками корпуса и камеры заполнено теплоизоляционным материалом. Шкаф имеет терморегулятор, ручка управления которым и сигнальная лампа размещены на передней панели.

Максимальная температура, до которой можно нагреть шкаф, составляет 250 °С. Время, необходимое для разогревания шкафа до этой температуры, около 60 *мин*.

На рис. 474, *а* показан сушильный шкаф с терморегулятором и сигнальной лампой. Шкаф состоит из металлического корпуса и внутренней вставной камеры, между которыми находится электронагревательное устройство. Стенки и дверцы шкафа — из асбестового картона. Внутри шкафа встроены три решетчатые полки. На верхней стенке шкафа, потолочной, имеются два отверстия для укрепления термометров и вентиляционная задвижка. Погрешность регулирования температуры ±10 °С.

Более совершенным является сушильный шкаф № 3, в котором температура регулируется автоматически в пределах до 200 °С с точностью ±3 °С. По внешнему виду этот шкаф похож на описанный выше сушильный шкаф Ш-005. Сушильный шкаф № 3 имеет три полки. Для достижения максимального нагревания до 200 °С требуется около 2 *ч*.

Очень удобен электрический сушильный шкаф (рис. 474, *б*) с автоматической регулировкой обогрева. Главное преимущество этого шкафа — в возможности

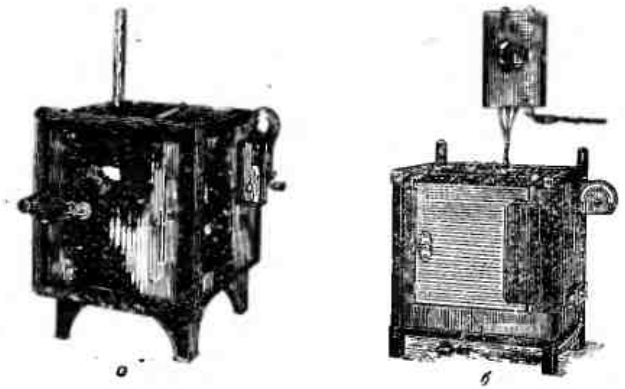


Рис. 474. Электрические сушильные шкафы:
а — с терморегулятором и сигнальной лампой; *б* — с автоматическим терморегулятором.

вести обогрев при требуемой температуре, изменяя ее в пределах от 50 до 220 °С, что трудно достижимо при использовании описанных выше сушильных шкафов.

Для быстрого высушивания вещества очень удобны специальные электрические сушильные шкафы (рис. 475), через которые непрерывным током проходит горячий воздух; последний, проходя над высушиваемым веществом, уносит пары удаляемой жидкости.

Высушивание при низкой температуре и уменьшенном давлении (вакуум-сушка). Для высушивания веществ, легко разлагающихся или изменяющихся при нагревании до 100 °С, применяют высушивание в вакууме.

Для этой цели пользуются так называемыми вакуум-сушильными шкафами. Обычно они бывают цилиндрической формы с герметически закрывающейся круглой боковой дверцей. Внутри них имеются две полки, в отдельных случаях — одна. Вакуум-сушильный шкаф (рис. 476) двухстенный, с рубашкой, в которую наливают жидкий теплоноситель. Подогрев проводят газовой горелкой или электричеством.

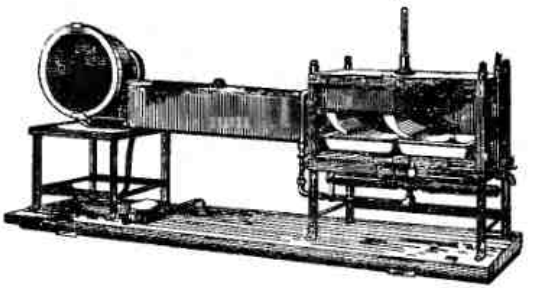


Рис. 475. Электрический шкаф для быстрого высушивания.

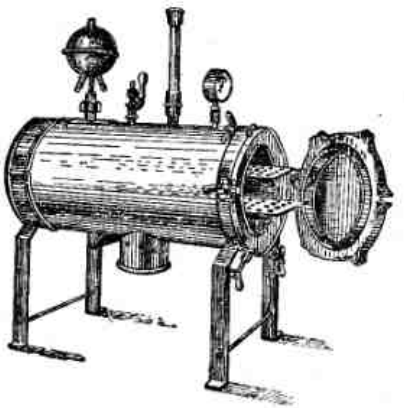


Рис. 476. Вакуум-сушильный шкаф.

На верху шкафа находятся холодильник Сокслета для конденсации паров обогревающей жидкости, кран для соединения с вакуум-насосом, термометр для измерения температуры внутри шкафа и манометр для измерения вакуума в шкафу.

Наблюдение за высушиванием ведут через стеклянное окно, имеющееся в дверце.

Высушивание в эксикаторе. Сильно гигроскопичные, расплывающиеся на воздухе вещества высушивать на открытом воздухе нельзя. Точно также их трудно сушить в шкафу. Такие вещества удобно высушивать в эксикаторе, содержащем какое-либо вещество, энергично поглощающее влагу. К последним относятся: хлористый кальций, концентрированная серная кислота, пятиокись фосфора и др. (см. стр. 74).

Подлежащее высушиванию вещество помещают в бюкс или чашку, ставят открытым на фарфоровый вкладыш эксикатора и оставляют в последнем на сутки или более в зависимости от необходимости.

Высушивание при помощи облучения инфракрасными лампами. Для осторожного и быстрого высушивания многих осадков очень удобно пользоваться обогреванием при помощи ламп инфракрасного излучения. Приспособление представляет собой металлический штатив с укрепленным на нем рефлектором с лампой инфракрасного излучения, который можно передвигать вверх и вниз, устанавливая его на нужное расстояние от высушиваемого материала. Облучение обычно продолжается от 3 до 15 *мин*, в зависимости от свойств и вида материалов, количества содержащейся в них влаги или летучих веществ, величины навески и расстояния между лампой и облучаемой поверхностью.

На стол под лампой (см. рис. 195, стр. 194) кладут лист асбеста, чтобы предохранить от перегрева поверхность стола.

Навеску высушиваемого вещества равномерно распределяют по дну алюминиевой или фарфоровой кюветы, чашки Коха, или Петри, или бюксов соответствующей формы. Вначале включают лампу, создают требуемую температуру (в центре освещенного круга, поместив туда резервуар термометра или термопару), и регулируют высоту рефлектора. После этого сосуд с высушиваемым веществом помещают в центр освещенного круга. Если высушивание проводилось в бюксе, после окончания операции бюкс закрывают крышкой, охлаждают, как обычно, и взвешивают.

Вместо инфракрасных ламп можно применять обычные электролампы мощностью 200 *вт*. Рефлектор можно сделать из белой жести, покрытой с наружной стороны слоем асбеста.

Были предложены также инфракрасные сушилки карусельного типа, дающие возможность высушивать до 8 навесок одновременно.

Высушивание в струе инертного газа. Этот метод применяют в тех случаях, когда вещество на воздухе окисляется или разрушается. Высушивание проводят в специальных приборах, подобных описанным выше.

Указанный метод имеет особенно важное значение для высушивания легко взрывающихся веществ. Для этой цели рекомендуют, в качестве инертного газа, гелий, обладающий высокой теплопроводностью.

Высушивание осадков при помощи органических растворителей. Для быстрого высушивания осадков в некоторых случаях применяют органические растворители, хорошо растворяющие воду, например — ацетон, метиловый или этиловый спирт. Естественно, что можно применять только такие органические растворители, которые не растворяют высушиваемое твердое вещество.

При работе с растворителями, пары которых могут воспламениться, следует заботиться о том, чтобы вблизи от места работы не было действующих нагревательных приборов.

Высушивание влажных осадков может быть проведено двояко.

1. В коническую колбу помещают высушиваемое вещество, затем наливают высушивающую жидкость в таком количестве, чтобы над осадком был слой ее в несколько сантиметров. Колбу закрывают и встряхивают около 1 *мин*, после чего оставляют стоять еще минут на 15, а затем осторожно и возможно полнее сливают высушивающую жидкость и заменяют ее свежей. Высушивающую жидкость меняют не менее 3—4 раз, каждый раз сливая ее возможно полнее.

Кристаллы при высушивании пропитываются высушивающей жидкостью, которую удаляют испарением. Для этого высушенное вещество, если оно не гигроскопично, высыпают на лист чистой фильтровальной бумаги, покрывают другим таким же листом и оставляют под тягой до полного испарения органического растворителя или помещают в шкаф для быстрой сушки (см. рис. 475).

2. Кристаллы, подлежащие высушиванию органическим растворителем, помещают на сетку воронки Бюхнера, закрытую одним слоем фильтровальной бумаги, вставленную в колбу Бунзена. Вначале высушиваемое вещество понемногу обливают высушивающей жидкостью, которая стекает в колбу. Когда обезвоживание закончено, органический растворитель выливают из колбы Бунзена в подготовленную посуду, присоединяют колбу Бунзена к вакуум-насосу и включают его. Таким образом, через слой высушенного вещества протягивается воздух, захватывающий с собой пары органического растворителя. Отсасывание проводят до тех пор, пока не перестанет чувствоваться запах растворителя. Когда это достигнуто, прекращают работу вакуум насоса и пересыпают высушенное твердое вещество в какую-нибудь тару.

Указанный способ высушивания может быть применен при работе с веществами, легко окисляющимися на воздухе. В этом случае нужно применять специальные воронки для фильтрования в струе инертного газа.

ОСВОБОЖДЕНИЕ ОТ ОСТАТКОВ ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ

К высушиванию можно отнести также процесс освобождения вещества от остатков органических растворителей. Если, например, какое-либо твердое тело промывали эфиром, то для удаления следов его «высушиваемое» вещество помещают в эксикатор над парафином, адсорбирующим эфир.

Для удаления спирта вещество выдерживают в эксикаторе над $CaCl_2$. Для связывания спиртов в эксикаторе можно помещать концентрированную H_2SO_4 или едкое кали в кусках. Концентрированная серная кислота связывает также диэтиловый эфир и в ограниченном количестве ацетон и т. п.

Если нужно освободиться от остатков углеводородов (бензина и пр.), в эксикатор кладут парафин или церезин.

В каждом отдельном случае нужно подбирать «высушивающее» вещество, адсорбирующее или связывающее органический растворитель, который нужно удалить. Ниже приведены вещества, пригодные для поглощения паров органических растворителей:

Эфир, спирт	Силикагель, концентрированная H_2SO_4, парафин
Бензин, бензол, хлороформ, сероуглерод	Парафин, силикагель
Летучие основания	Концентрированная H_2SO_4
Летучие кислоты	Едкое кали, едкий натр, кальцинированная сода

Остатки органических растворителей можно также удалять струей инертного газа (например, азота), не действующего на высушиваемое вещество. Двуокись углерода пригодна не всегда.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О научных основах техники сушки см. Кришер О., Издатинлит, 1961.

О мелко- и крупнопористых силикагелях как осушителях см. Polak F., Parasiewcz-Kaczmarska J., Przem. Chem., **40**, № 12, 703 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 12Б645.

О некоторых возможностях лабораторного применения окиси алюминия см. Berli W., Chem. Rund., **11**, № 7, 164 (1958); РЖХим, **1959**, № 1, 163, реф. 1120.

Об адсорбционной сушке газов см. Carter J. W., Brit. Chem. Eng., **5**, № 7, 472; № 8, 552, № 9, 625 (1960); РЖХим, **1961**, № 5, 326 (8), реф. 5И92.

О высушивании органических растворителей см. Wohlleben G., Angew. Chem., **67**, № 23, 741 (1955); РЖХим, **1955**, № 14, 85, реф. 42799; Lab. Sci., **4**, № 4, 111 (1955); РЖХим, **1957**, № 8, 95, реф. 26289.

О насадке для обезвоживания органических веществ и определения влаги см. Волков Б. В., Зав. лаб., **30**, № 1, 112 (1964); РЖХим, **1964**, 17Д34.

Усовершенствованный лабораторный прибор для азеотропного обезвоживания пиридиновых оснований описан Rubicek K., Chem. prum., **14**, № 4, 209 (1964); РЖХим, **1964**, 24Д96.

О применении инфракрасных лучей для сушки при определении влаги и нерастворимого остатка в солях см. Контрович Л. М., Левченко Г. Т., Труды ГИАП, вып. 8, Госхимиздат, 1957, стр. 246; РЖХим, **1958**, № 16, 122, реф. 53472.

О применении инфракрасной лампы в аналитической практике см. Маурек А. А., Иждерова А. Г., Зав. лаб., **23**, № 7, 878 (1957).

Метод электролитической очистки органических растворителей от ионных примесей и воды описал Барабанов В. П., ЖФХ, **37**, № 3, 710 (1963); РЖХим, **1964**, 4Б581.

О новых опытах по лиофилизации см. Dunoyer I. M., Larousse J., Trans. 8th Nat. Vacuum Sympos. and 2nd Intern. Congr. Vacuum Sci. and Technol., Washington, D. C., 1961, vol. 2, 1962, p. 1059; РЖХим, **1963**, реф. 9Д68.

Установка для лабораторной криосушки описана Horeysi Vl., Bull. Inst. intern. froid, **4**, 657 (1965); РЖХим, **1967**, 1Д43.

О катионообменных сульфоновых смолах в качестве осушителей см. Wymore C. E., Ind. a. Eng. Chem. Prod. Res. a. Develop., **1**, № 3, 173 (1962); РЖХим, **1964**, 1Б692.

Об эффективности химических осушителей см. Trussel F., Dichl H., Analyt. Chem., **35**, № 6, 674 (1963); РЖХим, **1964**, 2Д61.

О применении карбида кальция как осушивающего и кислотоудаляющего средства см. Bach G., Z. Chem., № 12, 467 (1965); РЖХим, **1966**, **15**В13.

О вакуумной сушке иода с помощью молекулярных сит см. Reid A. F., Mills R., J. Inorg. a. Nucl. Chem., **26**, № 5, 892 (1964); РЖХим, **1965**, 6Б950.

Глава 17

СПЕЦИАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ОЧИСТКИ ВЕЩЕСТВ

Разделение и очистка веществ являются операциями, обычно связанными между собой. Разделение смеси на составляющие чаще всего преследует цель получения чистых, по возможности без примесей, веществ. Однако само понятие о том, какое вещество следует считать чистым, еще окончательно не установлено, так как требования к чистоте вещества меняются. В настоящее время методы получения химически чистых веществ приобрели особое значение.

Разделение и очистка веществ от примесей основываются на использовании их определенных физических, физико-химических или химических свойств.

Техника важнейших методов разделения и очистки веществ (перегонка и сублимация, экстракция, кристаллизация и перекристаллизация, высаливание) описана в соответствующих главах. Это — наиболее распространенные приемы, чаще всего используемые не только в лабораторной практике, но и в технике.

В отдельных наиболее сложных случаях используют специальные методы очистки.

Диализ может быть использован для разделения и очистки веществ, растворенных в воде или в органическом растворителе. Этим приемом чаще всего пользуются для очистки высокомолекулярных веществ, растворенных в воде, от примесей низкомолекулярных или от неорганических солей.

Для очистки методом диализа необходимы так называемые полупроницаемые перегородки, или мембраны. Особенность их заключается в том, что они имеют поры, позволяющие проходить через них веществам, размер молекул или ионов которых меньше размеров пор, и за-

держивать вещества, размеры молекул или ионов которых больше размеров пор мембраны.

Таким образом, диализ можно рассматривать как особый случай фильтрования.

В качестве полупроницаемых перегородок или мембран могут быть использованы пленки из очень многих высокомолекулярных и высокополимерных веществ. В качестве мембран применяют пленки из желатина, из альбумина, пергамент, пленки из гидратцеллюлозы (типа целлофана), из эфиров целлюлозы (ацетат, нитрат и пр.), из многих продуктов полимеризации и конденсации. Из неорганических веществ находят применение: неглазурованный фарфор, плитки из некоторых сортов обожженной глины (типа коллоидных глин, как бентонит), прессованное мелкопористое стекло, керамика и др.



Рис. 477. Диализатор с мешалкой.

Основными требованиями к мембранам являются: 1) нерастворимость в том растворителе, на котором приготовлен диализируемый раствор; 2) химическая инертность по отношению как к растворителю, так и к растворенным веществам; 3) достаточная механическая прочность.

Многие мембраны способны набухать в воде или другом растворителе, теряя при этом механическую прочность. Набухшая пленка может быть легко повреждена или разрушена. В подобных случаях пленку для диализа изготовляют на какой-нибудь прочной основе, например на ткани, инертной к растворителю (хлопчатобумажная, шелковая, из стекловолокна, из синтетического волокна и др.), или на фильтровальной бумаге. Иногда для придания мембранам механической прочности их укрепляют металлическими сетками (армирование) из соответствующего металла (бронза, платина, серебро и пр.).

Для получения различной пористости у мембран из эфиров целлюлозы или из некоторых других высокополимерных веществ в соответствующие лаки вводят различное количество воды. При высыхании лаковой пленки получается мембрана молочного цвета, имеющая заданную пористость (об этом см. гл. 9 «Фильтрование», стр. 474).

Для диализа применяют приборы, называемые д и а л и з а т о р а м и (рис. 477). Они могут иметь различную конструкцию. Техника работы с диализаторами очень проста. Полупроницаемая мембрана разделяет прибор обычно на две части*. В одну половину прибора наливают раствор, подлежащий диализу, а в другую половину — чистый растворитель, причем последний обычно обновляют (постоянный ток жидкости). Если чистый растворитель не менять, то концентрации проходящих через мембрану веществ с обеих сторон ее в конце концов уравновесятся и диализ практически остановится. Если же растворитель все время обновлять, то из диализируемого раствора можно практически удалить все растворимые вещества, способные проникать через мембрану.

Скорость диализа неодинакова для различных веществ и зависит от ряда условий и свойств вещества, которое очищают. Повышение температуры раствора и обновление растворителя способствуют ускорению диализа.

Во многих случаях в место обычного диализа применяют э л е к т р о д и а л и з**. Применение электрического тока при диализе ускоряет процесс и создает ряд других преимуществ.

Осаждение малорастворимых веществ. Этим приемом широко пользуются для аналитических целей, получая осадки, содержащие только какое-нибудь одно, неорганическое или органическое вещество. Полученный осадок может быть дополнительно очищен или промыванием (см. гл. 11 «Фильтрование», стр. 424), или повторным переосаждением после растворения осадка, или экстрагированием соответствующими растворителями в определенных для каждого случая условиях.

Аппаратура, применяемая для проведения этого метода, зависит от свойств веществ и свойств растворителей. Часто операцию можно проводить просто в стакане или в колбе. В других же случаях собирают герметизированную аппаратуру, подобную той, которая описана в гл. 10 «Растворение». Осадки отфильтровывают, промывают и затем подвергают дальнейшей обработке (перекристаллизации, сушке и т. д.).

---

* Имеются диализаторы, состоящие из трех частей и двух мембран, разделяющих их.

** РЖХим., 1957, № 10, 247, реф. 34670.

Отделение малорастворимого осадка от маточного раствора можно достичь отстаиванием с последующим промыванием осадка с применением декантации (см. стр. 464) или центрифугирования (см. стр. 476).

Чем продолжительнее отстаивание, тем больше уплотняется слой осадка. Однако не рекомендуется давать осадкам отстаиваться слишком долго, так как со временем между осадком и маточным раствором могут возникать побочные процессы (адсорбция других ионов, комплексообразование с растворителем), затрудняющие последующую обработку отделяемого осадка.

Комплексообразование является одним из приемов выделения чистых веществ, особенно неорганических. Комплексные соединения могут быть или труднорастворимыми в воде, но легкорастворимыми в органических растворителях, или наоборот. В первом случае осадки обрабатывают, как описано выше. Если же комплексное соединение легко растворяется в воде, его можно извлечь в чистом виде из водного раствора путем экстрагирования подходящим органическим растворителем или же разрушить комплекс тем или иным путем.

Приемом комплексообразования можно выделить металлы в очень чистом виде. Это особенно касается редких и рассеянных металлов, которые могут быть выделены в виде комплексов с органическими веществами.

Образование летучих соединений. Этим приемом можно пользоваться в том случае, если образуется летучее соединение только выделяемого вещества, например какого-либо металла. В том случае, если одновременно образуются летучие соединения примесей, этот прием применять не рекомендуется, так как освобождение от летучих примесей может оказаться затруднительным. Во многих случаях образование летучих галогенидов (хлористые или фтористые соединения) некоторых веществ может оказаться очень эффективным как метод очистки, особенно в сочетании с вакуум-перегонкой. Чем ниже температура возгонки или кипения интересующего нас вещества, тем легче его отделить от других и очистить фракционной перегонкой или диффузией.

Скорость диффузии газообразных веществ через полупроницаемые перегородки зависит от плотности и молекулярной массы очищаемого вещества и почти обратно пропорциональна им.

Зонная плавка. Зонную плавку можно рассматривать как частный случай экстракции расплавленным веществом, когда твердая фаза вещества находится в равновесии с его жидкой фазой. Если растворимость в жидкой фазе какой-либо примеси, содержащейся в очищаемом веществе, отличается от растворимости в твердой фазе, то очистка от этой примеси теоретически возможна*. Этот метод особенно ценен для очистки таких соединений (преимущественно органических), которые имеют низкое давление паров или разлагаются при перегонке. Для соединений, имеющих низкую теплопроводность, зону плавления можно создать, применяя высокочастотный нагрев с диэлектрическим сопротивлением. Метод зонной плавки дает возможность полностью использовать исходные вещества и позволяет получать большие монокристаллы органических веществ и некоторых металлов (например, алюминия, германия и др.).

В простейшей форме метод зонной плавки в применении к металлам состоит в медленном перемещении расплавленной зоны вдоль стержня из металла.

Метод зонной плавки может найти широкое применение для приготовления чистых органических соединений.

Очистка бензойной кислоты. Цилиндрический сосуд наполняют расплавленной бензойной кислотой. Этот цилиндр с затвердевшей кислотой медленно пропускают через обогреваемое кольцо таким образом, чтобы расплавленная зона передвигалась вверх по цилиндру. Двукратная обработка бензойной кислоты таким приемом заменяет 11 перекристаллизаций из бензола.

Очистка нафталина от антрацена**. Загрязненный нафталин помещают в трубку (из стекла пирекс) длиной около 900 *мм* и диаметром 25 *мм*. Эту трубку пропускают через небольшой цилиндрический нагреватель (может быть использована трубчатая печь для микроанализа, снабженная реостатом). Печь передвигают вниз с такой скоростью, чтобы расплавленная зона длиной около 50 *мм* могла бы переместиться по всей длине трубки за 24 *ч*. После этого нагреватель возвращают в исходное положение и цикл обработки повторяют. После 8 циклов содержание антрацена в верхней половине взятого для обработки нафталина составляло $1 \cdot 10^{-4}\%$.

* Pfann W. S. J., Metals, **4**, 747 (1952).
** Ind. Chemist, **31**, № 370, 535 (1955).

Метод зонной плавки используют для получения* чистого германия, а также для очистки соединений, когда один или оба компонента смеси летучи или разлагаются при нагревании**.

В настоящее время делаются попытки применить метод зонной плавки для очистки жидкостей***. Этот метод оказался применим для очистки только предварительно замороженной жидкости. Для этого жидкость помещают в узкую и длинную стеклянную лодочку (шириной 12 *мм*, длиной 110 *мм*) и замораживают при —30 °С, с помощью циркуляционного охлаждающего устройства, работающего на смеси твердой углекислоты с ацетоном. Замороженную жидкость в лодочке медленно протягивают с помощью моторчика Уоррена со скоростью 1 *см/ч* через несколько последовательных зонных нагревателей, расположенных на расстоянии около 1,8 *см* друг от друга и представляющих собой витки нихромовой проволоки диаметром 0,5 *мм* (0,5 *ом/м*) в пазах небольших керамических блоков. Силу тока подбирают такой, чтобы температура расплавленных узких зон в замороженной жидкости была 3—4 °С. Расплавленные зоны, перемещаясь одна за другой, увлекают за собой примеси, имевшиеся в жидкости. Примеси концентрируются в конечной части бруска замороженной жидкости. Таким приемом можно очищать водные и неводные растворы и выделять растворенные или только тонко диспергированные вещества.

Аппаратурное оформление метода зонной плавки зависит от свойств взятых веществ, и рекомендовать какую-либо стандартную аппаратуру в этом случае трудно.

Хроматография и ионный обмен. Эти методы основаны на использовании явления сорбции для извлечения веществ, содержащихся в растворах.

Метод хроматографии особенно важен для концентрирования веществ, содержание которых в исходном растворе очень мало, а также для получения чистых препаратов. При помощи этого метода были получены резкоземельные

---

* Trousie Z., Čescosl. časop., Fys., **5**, № 5, 568 (1955).
** Jan den Boomgaard J., Kröger F. A., Vink H. J., Electronics, **1**, № 2, 212 (1955); РЖХим, **1956**, № 20, 42, реф. 64384.
*** Angew. Chem., **69**, № 20, 634 (1957); РЖХим, **1958**, № 11, 107, реф. 35844.

и зауранопые элементы высокой частоты. Многие фармацевтические и органические препараты очищают и получают в чистом виде при помощи этого метода. Почти во всех случаях, когда поставлена задача очистки или отделения какого-либо вещества из смеси, находящейся в растворе, хроматография и ионный обмен могут оказаться надежными методами.

Для ионного обмена применяют так называемые иониты, представляющие собой неорганические или органические адсорбенты (преимущественно смолы разных марок). По своим химическим свойствам они разделяются на следующие группы: катиониты, аниониты и амфолиты. Катиониты обменивают катионы. Аниониты обладают способностью обменивать анионы. Амфолиты способны обменивать как катионы, так и анионы в зависимости от pH среды и свойств вещества, которое должно быть поглощено ионитом.

Для хроматографии в ряде случаев применяют очень простую аппаратуру (рис. 478).

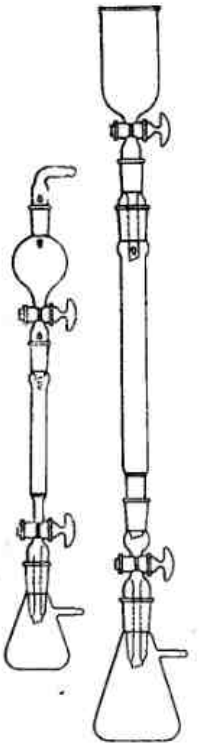


Рис. 478. Аппарат для хроматографии.

Иониты способны к ионному обмену до полного насыщения их поглощаемым ионом. Отработанные иониты регенерируют путем промывания катионитов кислотой, анионитов — щелочами. В элюате (жидкость, получаемая при промывании ионита) будут находиться адсорбируемые ионитом ионы.

Для разделения и фракционирования полимеров предложен способ фильтрования их растворов через гель, названный «сефадекс» (Швеция). Этот способ называют гель-фильтрацией. По существу он является хроматографическим разделением высокомолекулярных веществ на колонке.

Сефадекс выпускается в виде мелких зерен, набухающих в воде. Ниже приведены типы сефадекса и для примера — молекулярные веса разделяемых полисахаридов:

Тип сефадекса	Молекулярный вес разделяемых полисахаридов
G — 25, мелкий	100 — 5 000
G — 50, грубый	500 — 10 000
G — 75 »	1000 — 50 000
G — 100 »	5000 — 100 000
G — 200 »	5000 — 200 000

При использовании других веществ границы молекулярных весов могут отклоняться от приведенных значений в ту или иную сторону. Так, для белковых веществ диапазоны молекулярных весов шире, чем в случае полисахаридов.

Для использования сефадекса сконструирована хроматографическая колонка с рубашкой; колонка выполнена из боросиликатного стекла.

Вначале сефадекс смешивают с водой, взмучивают полученную смесь, вливают в колонку и дают осесть. Затем в колонку добавляют концентрированный раствор исследуемого вещества так, чтобы не взмучивался верхний слой сефадекса. Равновесие устанавливается очень быстро, поэтому скорость вымывания по сравнению с обычными ионитами может быть большой. Фракции контролируют или спектрофотометрически (органические полимеры), или по электропроводности (растворы неорганических веществ).

Метод гель-фильтрования полностью заменяет диализ и электродиализ. При его помощи можно очень тонко фракционировать полимеры, которые мало отличаются между собой по молекулярным массам.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О зонной плавке льда см. Shildknecht H., Mannl A., Angew. Chem., **69**, № 20, 634 (1957); РЖХим, **1958**, № 11, 107, реф. 35844; Пфанн В. Дж., Зонная плавка, Металлургиздат, 1960.

Об автоматической аппаратуре для зонной плавки малых количеств веществ см. Wilman W. G., Chem. a. Ind., № 45, 1825 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 9Е34.

Приборы для зонной плавки органических соединений см. Maire J., Moritz J. C., Kiefer R., Symposium über Zonenschmelzen und Kolonnen — kristallisieren, Karlsruhe, S. 1, s. a, 121 (1963); РЖХим, **1965**, 14Д76.

Получение органических веществ высокой чистоты путем непрерывной кристаллизации в колонках и зонной плавки описали Schildknecht H., Maas K., Kraus W., Chem. Ing. Techn., **34**, № 10, 697 (1962); РЖХим, **1964**, 6Д70.

Зонная плавка органических веществ, Харингтон Е., пер. с англ., Изд. «Мир», 1965; РЖХим, **1965**, 13Б363К.

О зонной плавке органических соединений см. Wilcox W. R., Friedenberg R., Back N., Chem. Revs, **64**, № 2, 186 (1964); РЖХим, **1964**, 19Б359.

Установка для зонной плавки см. Абакумов Б. И., Коновалов Э. Е., Зав. лаб., **29**, № 12, 1506 (1963); РЖХим, **1964**, 24Д93.

Установку для бестигельной зонной плавки веществ с малым поверхностным натяжением описали Шилкин А. И., Килиев А. А., Зав. лаб., **29**, № 12, 1504 (1963); РЖХим, **1964**, 24Д94.

О новых методах разделения в химии см. Musso H., Naturwiss., **45**, № 5, 97 (1958); РЖХим, **1958**, № 21, 148, реф. 70711.

О хроматографических методах очистки и выделения веществ см. Хроматографический метод разделения ионов. Сборник статей, Издатинлит, 1949; Ионный обмен. Сборник статей, Издатинлит, 1951; Линстед Р., Эльвидж Дж., Воллим., Вилкинсон Дж., Современные методы исследования в органической химии, Издатинлит, 1959.

О молекулярных ситах см. Minkoff G. I., Duffett R. H. E., BPMag., № 13, 16 (1964); РЖХим, **1965**, 17А28.

Изготовление, свойства и применение синтетических цеолитов (молекулярных сит) см. Espe W., Hýbl C., 9 Internat. Kolloq. Techn. Hochschule Ilmenau; РЖХим, **1966**, 20Б814.

Об использовании синтетического цеолита типа А для очистки рубидия от калия, цезия и натрия непрерывным противоточным ионообменным методом см. Горшков В. И., Федоров В. А., Толмачев А. М., ЖФХ, **40**, № 7, 1436 (1966); РЖХим, **1966**, 24Б1268.

О методе разделения растворенных веществ, основанном на различии в скоростях диффузии см. Niesel W., Röskenblock H., Naturwis., **50**, № 8, 328 (1963); РЖХим, **1964**, 5Б612.

Кристаллизация в колонке — лабораторный метод для тонкого разделения кристаллизующихся веществ см. Schildknecht H., Rössler S., Maas K., Glas- u. Instr.-Techn., **7**, № 6, 281, 285, 289 (1963); РЖХим, **1964**, 7Д66.

Применение хроматографии, основанной на проникновении вещества в гель, к веществам с низким и высоким молекулярным весом см. Maley L. E., Am. Chem. Soc. Polymer Preprints, **5**, № 2, 720 (1964); РЖХим, **1965**, 10Б1346.

Сефадекс и гель-фильтрация см. Ing. chim., 1963, № 3, 7 (1963); РЖХим, **1965**, 10Б1344.

Глава 18

РАБОТА С ВРЕДНЫМИ И ЯДОВИТЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

В лабораториях часто приходится иметь дело с разного рода ядовитыми и вредными для здоровья веществами. *Неумелое или небрежное обращение с ними может привести к тяжелым последствиям как для работающего, так и для окружающих.*

Хранение, учет и расходование ядовитых и сильно действующих веществ проводятся согласно официально утвержденной инструкции. Для этого в лаборатории выделяется *ответственное лицо*, обязанное хранить и вести учет ядовитых веществ согласно инструкции; на его же обязанности лежит ознакомление работающих с правилами обращения с ядовитыми веществами.

Ядовитые и вредные вещества могут быть газообразными, жидкими и твердыми; они могут действовать на организм человека при вдыхании их, при непосредственном попадании на кожу или при случайном попадании внутрь.

Действие некоторых ядовитых веществ проявляется сразу или через очень небольшой промежуток времени; в других же случаях признаки отравления проявляются в результате накопления некоторого количества ядовитого вещества в организме человека, т. е. отравление вызывают вещества, обладающие кумулятивными свойствами.

При вдыхании таких веществ, как хлор, бром, фосген, при концентрации их выше допустимой отравление происходит очень быстро. Наоборот, при вдыхании паров бензола, гексахлорэтана и многих других органических растворителей отравление проявляется после длительного времени работы с ними (медленно действующие вещества). Все эти медленно действующие в небольшой концентрации вещества вредно влияют главным образом на сердце и нервную систему. К этой же категории медленно действующих в небольших концентрациях веществ относятся соли и пары таких металлов, как ртуть, свинец и пр.

Отравление может произойти прежде всего при вдыхании паров и пыли ядовитых веществ, что бывает, например, при взвешивании, пересыпании или переливании без применения мер предосторожности.

Очень легко происходит отравление при работе с газообразными ядовитыми веществами, если не принять соответствующих мер предосторожности. Особую опасность представляют окись углерода и сероводород. Окись углерода не имеет запаха и поэтому присутствие ее в воздухе трудно обнаружить. Сероводород обладает сильным запахом, однако этот запах ощущается только в первые минуты пребывания в атмосфере, содержащей этот газ.

При более длительном нахождении в атмосфере, содержащей сероводород, запах его перестает ощущаться и работающий незаметно для себя может отравиться.

Отравление жидкими и твердыми веществами может происходить при попадании их на руки, под ногти, между пальцами. Бывали случаи, когда отравления происходили в результате попадания ядовитых веществ на одежду (особенно рукава), а с нее — в пищу.

При неправильном хранении жидких ядовитых веществ пары их могут загрязнять воздух в помещении.

При приготовлении пленок из некоторых веществ, в частности из эфиров целлюлозы, и высыхании их на воздухе растворители испаряются и могут служить причиной медленного отравления.

Посуду из-под ядовитых веществ нельзя отдавать на мойку, а следует мыть самому.

РАБОТА С ГАЗООБРАЗНЫМИ ЯДОВИТЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

Работу с газообразными ядовитыми веществами проводят обязательно под тягой.

Необходимо также перед этим проверить работу тяги в вытяжном шкафу. При плохой и недостаточной тяге работать с сильно действующими газообразными веществами совершенно недопустимо, так как при этом возможно попадание газообразных веществ в общее помещение.

Работая с ядовитыми газами, нужно помнить, что *голову следует держать вне вытяжного шкафа*, даже будучи в противогазе.

Хотя работа с газообразными ядовитыми веществами производится только под тягой, однако всегда возможны аварии (внезапное прекращение работы тяги, разрыв реакционного сосуда, срыв соединительных резиновых трубок с газоподающих трубок и т. д.); поэтому при всех таких работах нужно иметь при себе *наготове противогаз*. Рекомендуется, кроме того, одному-двум работникам лаборатории, не занятым непосредственно работой с ядовитыми газами, иметь наготове другой противогаз, чтобы при несчастном случае быстро оказать помощь пострадавшему.

Имеется несколько марок промышленных противогазов, применяемых для защиты от вредных веществ, с которыми приходится работать. В табл. 16 приведен перечень таких противогазов.

Таблица 16

Промышленные противогазы

Марка противогаза	Отличительная окраска	Защищает от
А	коричневая	паров органических веществ (хлороформ, диэтиловый эфир)
В	желтая	кислых газов (бром, сероводород, сернистый ангидрид, цианистый водород, фтористый водород)
Т	желтые и черные полосы	паров ртути
Е	черная	мышьяковистого и фосфористого водорода
К	зеленая	аммиака
КД	серая	аммиака и сероводорода
СО	белая	окиси углерода
М	красная	всех газов, включая окись углерода (от дымов не защищает)
П	красная с белой полоской	пожарных газов и дыма

Противогаз нужно содержать в порядке и при систематической работе периодически менять коробку.

Для защиты от пыли применяют противопыльные респираторы.

РАБОТА С ЖИДКИМИ ЯДОВИТЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

Все работы с ядовитыми жидкостями производятся в хорошо действующем вытяжном шкафу.

Если ядовитое вещество может действовать на кожу или проникать в организм через кожу, необходимо принимать меры прежде всего для защиты рук. Для этого применяют хирургические резиновые перчатки; перед надеванием их нужно припудрить внутри тальком. После работы перчатки обмывают водой, хорошо протирают и обсыпают тальком как внутри, так и снаружи.

Нужно следить, чтобы на перчатках не было проколов и разрывов. *Поврежденные перчатки употреблять нельзя.*

Следует заботиться, чтобы жидкость не попала на одежду, особенно на рукава; последние нужно поднимать выше локтя.

Если ядовитое вещество попало на кожу, *необходимо немедленно удалить его*. В зависимости от характера ядовитого вещества удаление его осуществляется различными способами; наиболее общим является удаление ядовитого вещества с кожи органическим растворителем.

Для этого ватный тампон слегка смачивают органическим растворителем и осторожно обрабатывают участок кожи, на который попало ядовитое вещество. Нельзя размазывать растворитель по большому участку кожи. Тампон нужно не очень сильно прижимать. Операцию следует повторить несколько раз, до полного удаления ядовитого вещества.

Ядовитое вещество, попавшее на одежду, удаляют несколькими способами. Если оно твердое, то вначале стремятся удалить его чисто механическим путем, щеткой под вытяжным шкафом.

Если на одежду попало жидкое ядовитое вещество, то его можно удалить пастой, для приготовления которой смешивают зубной порошок или тальк с подходящим органическим растворителем. Эту пасту накладывают на то место, на которое попало жидкое ядовитое вещество, так, чтобы слой пасты покрыл не только пятно, но и немного большую площадь. Через некоторое время слой пасты снимают и выбрасывают в место, специально отведенное для сливания ядовитых веществ. Эту операцию повторяют не менее трех раз. Затем пятну дают высохнуть и счищают остатки зубного порошка с одежды щеткой.

Такой прием снятия загрязнений дает очень хорошие результаты, особенно в тех случаях, когда приходится снимать с одежды пятна ядовитых маслянистых веществ. Этот способ основан на том, что паста адсорбирует маслянистое загрязнение, впитывает в себя его и не дает растекаться по ткани.

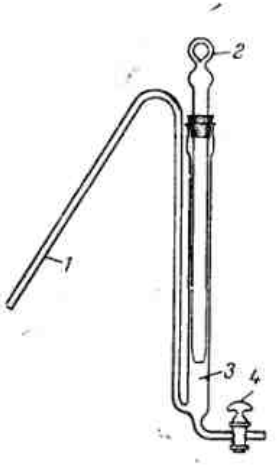


Рис. 479. Сифон для ядовитых жидкостей:
1, 3 — трубки; *2* — поршень; *4* — кран.

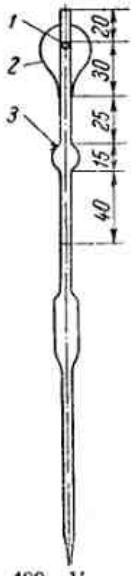


Рис. 480. Универсальная пипетка:
1 — боковое отверстие; *2* — резиновый баллончик; *3* — предохранительное расширение.

Для переливания ядовитых жидкостей из больших бутылей в меньшие (это следует проводить исключительно под тягой) применяют специальные сифоны (рис. 479). При переливании жидкости трубку *1* опускают в сосуд, из которого нужно взять жидкость. При этом кран *4* должен быть закрыт, а поршень *2* опущен донизу. Поднимая поршень вверх, засасывают жидкость до тех пор, пока она не заполнит трубку *3*. Открывая кран *4*, дают стечь нужному количеству жидкости. Затем кран закрывают, конец трубки *1* поднимают над жидкостью и, опуская поршень *2* вниз, удаляют часть жидкости. Повторяя несколько раз эту операцию, удается удалить большую часть жидкости, остатки жидкости выливают через кран *4*. После того как сифон будет освобожден, его хорошо промывают и кладут на место.

Переливание жидкости без сифона, прямо через горло сосуда, требует большой осторожности. Нужно следить за тем, что бы не разлить или не капнуть ядовитую жидкость на стол и не облить бутыль, в которую переливают жидкость. Если это случилось немедленно отставляют бутыль, предварительно закрыв ее пробкой, а лужицу жидкости или каплю засыпают опилками или каким-нибудь порошкообразным веществом, которое впитало бы жидкость. После этого засыпочный материал осторожно собирают при помощи двух шпателей и сжигают или обезвреживают соответствующим образом. Бутыль, облитую ядовитой жидкостью, необходимо обмыть водой или каким-либо подходящим растворителем или обтереть фильтровальной бумагой, которую потом сжигают под тягой.

Поверхность стола после удаления опилок обмывают жидкостью, которая растворяет или разлагает данное вещество, или в крайнем случае водой.

Когда нужно взять немного ядовитой жидкости, можно пользоваться пипеткой с баллоном. Если требуется взять несколько миллилитров жидкости, то нужно применять или специальные пипетки, о которых говорилось выше, или же обычные пипетки с резиновой грушей. *Недопустимо набирать ядовитые жидкости в пипетку ртом.*

Для работы с ядовитыми, радиоактивными и летучими жидкостями удобна пипетка (рис. 480), предложенная Г. С. Коноваловым. Ее можно изготовить из обычной пипетки, лучше всего имеющей предохранительное расширение *3*. Над ним, на некотором расстоянии от верхнего конца пипетки, нужно сделать отверстие *1* небольшого диаметра (2—3 *мм*). Отверстие делают при помощи тонкого пламени паяльной стеклодувной горелки или же просверливают круглым напильником (см. гл. 25 «Элементарные сведения по обращению со стеклом»). На пипетку надевают резиновый баллончик *2*. В верхней части баллончика прорезают отверстие при помощи пробочного сверла соответствующего диаметра (немного меньше на-

ружного диаметра верхнего конца пипетки). Емкость баллончика должна быть около 10 *мл*. Просверленное в пипетке отверстие должно находиться внутри баллончика.

Для отбора жидкости такой пипеткой большим, средним и безымянным пальцами правой руки сжимают баллончик, а указательным пальцем закрывают верхний конец пипетки, как это делается при работе с обычной пипеткой. После этого нижний конец пипетки опускают в жидкость почти до дна сосуда. Резиновый баллончик отпускают, для чего пальцы, сжимавшие баллончик, опускают на часть пипетки между предохранительным расширением и баллончиком. Указательный палец в это время остается на месте. Когда засасываемая жидкость поднимается выше метки, на короткое время открывают верхний конец (указательный палец отнимают и тут же им снова быстро закрывают пипетку). В результате раствор больше не будет подниматься, так как вакуум в баллончике будет снят. Затем жидкость доводят до метки так же, как и при работе с обычной пипеткой, т. е. слегка ослабив указательный палец, и переводят отобранную жидкость в подготовленный сосуд. При некотором навыке с описываемой пипеткой работают при помощи одной руки, но иногда пипетку придерживают двумя пальцами другой руки.

Если емкость пипетки больше емкости резинового баллончика, при набирании жидкости нужно баллончик сжимать несколько раз, причем при каждом сжатии необходимо открывать верхний конец пипетки, отнимая указательный палец. Если этого не делать, отобранная жидкость будет выдавливаться обратно.

В лабораториях очень часто приходится работать с металлической ртутью и ее солями. Пары этих веществ ядовиты, и при вдыхании их возможно отравление. Недопустимо *проливать ртуть на пол*. Проникая в щели пола, под столы и т. п., ртуть испаряется, и пары ее, загрязняя воздух, могут служить источником отравления.

Для предотвращения возможности отравления ртутью необходимо прежде всего осторожное обращение с нею. Нужно стремиться как можно больше *сокращать открытую поверхность ртути*, чтобы уменьшить площадь, с которой она испаряется.

Все ртутные приборы, имеющие открытую поверхность ртути, должны быть защищены специальными па-

тронами с поглотителями или иметь трубки, отводящие пары ртути в тягу. На ночь такие трубки необходимо плотно закрывать.

Хранить ртуть следует в запаянных стеклянных ампулах. В каждую ампулу помещают 30—40 *мл* ртути.

Полы помещения для массовой работы с ртутью делают из гладкого материала, без щелей, непроницаемого для ртути (асфальт). Деревянные и цементированные полы в таких помещениях нежелательны. Если работу с ртутью проводят в помещении с деревянным полом, то периодически нужно делать анализ воздуха на ртуть и при обнаружении опасных концентраций ее вскрыть пол и ликвидировать очаг заражения, удалив слой земли.

Столы, на которых проводят работу с ртутью, должны быть покрыты линолеумом, но без швов, а также иметь борта высотой до 2 *см*. В случае если ртуть будет пролита на стол, она не сможет перелиться через край стола и ее легко собирать с гладкой поверхности линолеума. Стол можно покрывать и пластмассами, но обязательно так, чтобы не было щелей, куда бы могла затекать ртуть.

Собирать разлитую ртуть очень трудно. Обладая большой подвижностью, она при сметании ее еще больше раздробляется. Для собирания ртути можно рекомендовать пипетку (рис. 481, *а*), у которой заостренный нижний конец трубки *1* имеет узкое отверстие (диаметр — около 1 *мм* или 0,5 *мм*). Трубка *1* входит внутрь расширенной части пипетки *2* почти на $^4/_5$ или $^3/_4$ ее высоты. Верхний конец *3* пипетки — короткий. На него надевают резиновую грушу или, что еще удобнее, его присоединяют при помощи длинной резиновой трубки к водоструйному насосу. При соприкосновении нижнего конца пипетки с шариком ртути воздух втягивают в пипетку при помощи груши или насоса, ртуть поднимается по трубке *1* и вытекает через верхний конец в расширенную часть *2*.

Когда в пипетке накопится много ртути, грушу или резиновую трубку от насоса снимают, пипетку переворачивают и ртуть выливают через конец *3* в специальную посуду. На рис. 481, *б* показано, как можно сделать такую пипетку из обычной пипетки. Капиллярную трубку вставляют в резиновую пробку, в свою очередь вставляемую в отрезанный конец пипетки.

Пипетки для собирания ртути можно использовать и для собирания разлитых жидкостей, особенно ядовитых

и вредных. Ею удобно извлекать остатки жидкостей из щелей, узкого пространства между стенками и т. д. Одна из разновидностей таких пипеток показана на рис. 481, *в*.

Для собирания ртути можно пользоваться склянкой Тищенко, на один тубус которой надевают резиновую трубку от насоса, а через другой засасывают капли ртути.

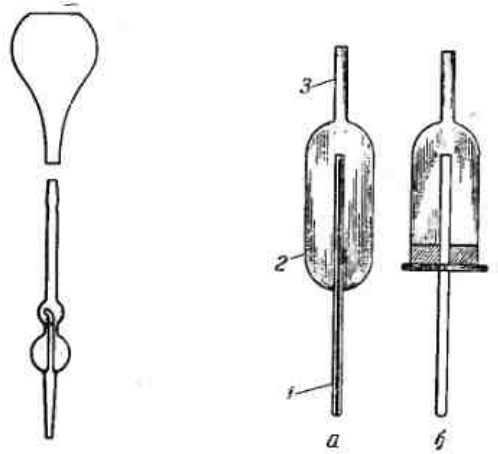


Рис. 481. Пипетки для собирания ртути:
а — специальные; *б* — из обычной пипетки; *1* — капиллярная трубка; *2* — расширенная часть пипетки (баллончик); *3* — верхний конец пипетки для присоединения к вакуум-насосу.

Капли ртути можно также сметать мокрой щеткой или собирать при помощи листочков станиоля либо очищенной пластинки цинковой жести.

Однако полностью собрать пролитую ртуть чисто механическими методами невозможно, поэтому после собирания видимых частиц ртути загрязненную поверхность опрыскивают или обмывают 5%-ным раствором моно- или дихлорамина в четыреххлористом углероде; либо раствором хлорной извести в воде, а затем 5%-ным водным раствором многосернистого натрия. Через 8—10 *ч* загрязненную ртутью поверхность промывают водой.

Хорошие результаты дает также обработка загрязненных ртутью поверхностей 1%-ным раствором $KMnO_4$, подкисленным HCl.

Рекомендовано также мелкие капли пролитой ртути посыпать активированным углем, насыщенным иодом.

Во избежание разливания ртути по столу или на пол все работы с ней рекомендуется делать или в большой кювете, или же в противне, имеющем невысокие борта.

В помещении, в котором проводится работа с ртутью, следует чаще делать анализ воздуха на ртуть. Для качественного анализа воздуха на ртуть можно использовать фильтровальную бумагу, покрытую тонким слоем Cu_2I_2. Такую бумагу оставляют на открытом воздухе около мест, проверяемых на содержание ртути. Если через 4 *ч* реактивная бумага не порозовеет, то концентрация паров ртути не превышает предельно допустимую.

Для приготовления индикаторной бумаги фильтровальную бумагу пропитывают 5%-ным раствором $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, затем пропитанную бумагу высушивают, но так, чтобы бумага оставалась немного влажной. После этого ее опрыскивают из пульверизатора 10%-ным раствором KI. Побуревшую при этом бумагу проводят через раствор серноватистокислого натрия, в котором бумага белеет, затем ее промывают водой, высушивают и нарезают полосками шириной 1 *см* и длиной 5—6 *см*.

Для определения присутствия паров ртути в воздухе можно пользоваться также селенистой бумагой. Фильтровальную бумагу вначале смачивают раствором $AlCl_3$ (0,1 *г* в 1 *мл* воды), затем раствором селенистой кислоты. Еще мокрую бумагу помещают в эксикатор с двумя отводными трубками, одна из которых доходит до дна, а другая кончается под крышкой эксикатора. Через отверстие в крышке медленной струей пропускают H_2S до тех пор, пока бумага не приобретет светло-желтый цвет. Когда это будет достигнуто, бумагу вынимают из эксикатора, промывают водой и высушивают при комнатной температуре в темноте в атмосфере, не содержащей паров ртути. Высохшую бумагу нарезают на полоски размером 1 × 5 *см* и сохраняют в темной банке, герметично закрытой притертой пробкой.

Индикаторная бумага, полученная таким образом, в присутствии паров ртути вначале делается серой, а затем чернеет. Степень почернения пропорциональна содержанию паров ртути в воздухе.

Для работы стремятся применять только чистую ртуть, т. е. не содержащую загрязнений. Металлическая ртуть

может содержать механические примеси и, кроме того, растворенные в ней некоторые металлы, с которыми она образует амальгамы. Для очистки от механических примесей ртуть можно отфильтровать через пористую пластинку или через фильтровальную бумагу, в которой иглой проделывают много тонких отверстий. Отделение

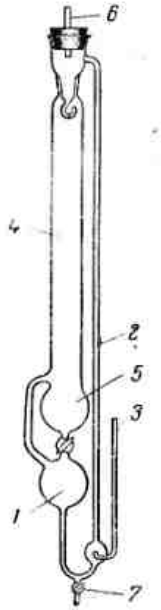


Рис. 482. Прибор для промывания ртути:

1 — резервуар для загрязненной ртути; *2* — трубка промывной колонки; *3* — отвод для поступления воды; *4* — скруббер; *5* — резервуар для собирания очищенной ртути; *6* — трубка отвода воды; *7* — сливной кран.

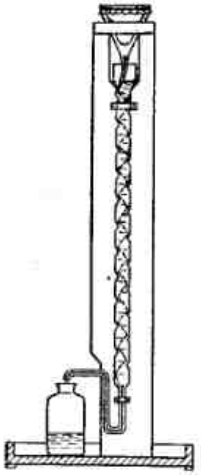


Рис. 483. Прибор для промывания ртути.

механических примесей часто сочетают с химической очисткой путем пропускания капелек ртути через раствор азотной кислоты.

Для очистки ртути предложено большое количество различных способов и приборов. Очень удобны приборчики* (рис. 482), действующие автоматически в течение длительного времени. Ртуть, подлежащую очистке, наливают в резервуар *1*, откуда она поступает в трубку *2*. Через трубку *3* непрерывно подается вода или сжатый газ (например, азот), которые подхватывают поступающую из резервуара *1* ртуть и по трубке *2* поднимают ее в верхнюю часть промывной колонки. Затем ртуть направляется в U-образную трубку, служащую ртутным затвором, применение которого исключает проникновение воды или газа в промывную жидкость. Через разбрызгиватель ртуть мелкими капельками стекает в скруббер *4*, наполненный промывной жидкостью. Чистая ртуть собирается в резервуаре *5*, откуда может быть переведена в резервуар *1* для повторения цикла. Вода, поступающая из трубки *2* в верхнюю часть промывной колонки, отводится через трубку *6*. Для смены промывной жидкости можно предусмотреть специальные отводы или сливать ее через кран *7*.

Для очистки относительно больших количеств ртути применяют каскадный прибор. Число колонн в каскаде определяется необходимой степенью очистки ртути. Ртуть последовательно переходит через все колонны, каждая из которых может быть наполнена различной промывной жидкостью. Для смены промывной жидкости желательно иметь специальные отводы. Вода, передвигающая ртуть в верхнюю часть колонн, поступает навстречу ртути, начиная с последней колонны каскада.

Для очистки ртути в химических лабораториях часто используют прибор, изображенный на рис. 483. Ртуть из воронки вытекает под некоторым углом и попадает на отражательную стенку колонки. Отражаясь от верхней площадки и раздробляясь, ртуть попадает на следующую, от которой тоже отражается, и так до самого низа. Колонка наполняется раствором азотной кислоты. После неоднократного пропускания вначале через раствор азотной кислоты, а потом через воду ртуть очищается достаточно хорошо.

Наилучшая очистка ртути достигается при использовании бихроматного метода. При этом методе в коническую колбу емкостью 500 *мл* берут 400 *г* очищаемой ртути, туда же добавляют 100 *мл* 10%-ного раствора $K_2Cr_2O_7$ и смесь перемешивают. Процедура встряхивания и отмывки повторяется несколько раз.

Следует быть крайне осторожным при работе с солями ртути и с их растворами. Особо опасны соли двухвалентной ртути. Соли одновалентной ртути менее опасны, даже

* Ефремов В. Я., Попов Е. П., Зав. лаб., **24**, № 9, 1152 (1958); РЖХим, 1959, № 5, 147, реф. 15194.

при попадании в желудок, их легко обезвредить, выпив некоторое количество раствора поваренной соли.

После работы с ртутью или солями ртути следует тщательно вымыть руки.

С твердыми пылящими веществами, содержащими ртуть и мышьяк, следует работать только в респираторе и под тягой.

К вредным жидким веществам, применяемым в лабораториях, относится фтористоводордная, или плавико-



Рис. 484. Стояк для баллона с фтористоводородной кислотой.



Рис. 485. Воронка для выливания фтористоводородной кислоты из баллона.

вая, кислота. Ее обычно продают в церезиновых баллонах, содержащих по 16 *кг* кислоты. Для облегчения пользования кислотой баллон с ней следует помещать в специальный станок (рис. 484). Для укрепления в нем церезинового баллона вначале снимают верхнюю планку с прижимным винтом. Баллон вставляют в гнездо, укрепляют верхнюю планку и прижимают ее винтом. Гнездо можно поворачивать так, что баллон наклоняется. Для того чтобы налить кислоту из баллона, отвинчивают обе пробки, имеющиеся в его крышке. Вместо одной пробки привинчивают игелитовую воронку (рис. 485) и только через нее наливают кислоту в предварительно запарафинированный стеклянный стакан. Как только кислота будет

отлита, воронку нужно отвинтить и закрыть баллон пробками.

Для парафинирования в стакан кладут куски парафина, затем расплавляют его и, поворачивая стакан, распределяют парафин по стенкам по возможности равномерно. Для парафинирования химического стакана емкостью 500 *мл* нужно не меньше 50 *г* парафина.

Фтористоводородная кислота обычно бывает загрязнена следами меди, свинца и цинка. Для очистки от этих примесей кислоту подвергают не менее чем трехкратной перегонке в специальном перегонном аппарате, изготовляемом из платины или палладия.

Ультрачистую фтористоводородную кислоту получают из технической кислоты методом изотермической дистилляции. Сущность этого метода состоит в следующем. В полиэтиленовую чашку помещают два полиэтиленовых стакана. В один из них наливают 150 *мл* технической фтористоводородной кислоты (концентрация 35 *М*), а в другой — около 150 *мл* деминерализованной воды и чашку плотно накрывают другой такой же полиэтиленовой чашкой. Через два дня получают чистую 12 *М* фтористоводородную кислоту. Перегонкой еще одной порции технической кислоты в течение двух дней получают 24 *М* фтористоводородную кислоту. Таким приемом получается очень чистая кислота, содержащая 0,001—0,01 *мкг/мл* примесей.

Для хранения фтористоводородной кислоты применяют сосуды из полиэтилена. Полиэтиленовые сосуды могут быть различной емкости.

Для отбора фтористоводородной кислоты можно пользоваться пипетками, сделанными из полиэтиленовой трубки.

Особо следует указать на предосторожности, необходимые при работе с хлорной кислотой, являющейся очень сильным окислителем. Хлорную кислоту часто рекомендуют в методиках анализов неорганических веществ. Продажные растворы содержат 70% хлорной кислоты. Такая кислота является концентрированной и при кипячении не взрывается. При соприкосновении кипящей неразбавленной хлорной кислоты или ее горячих паров с органическими веществами или легкоокисляющимися неорганическими соединениями (трехвалентная сурьма и некоторые другие) *взрыв неизбежен*.

Поэтому при работе с хлорной кислотой надо быть очень осторожным, и если в растворе присутствуют легкоокисляющиеся вещества, их нужно предварительно окислить добавлением концентрированной азотной кислоты. Только после этого можно выпаривать раствор до появления паров хлорной кислоты.

Работая с хлорной кислотой, нельзя надевать резиновые перчатки и пользоваться резиновыми напалечниками. При попадании на них хлорной кислоты также возможен взрыв. Все сосуды с хлорной кислотой лучше брать металлическими щипцами, приспособленными для этого. Пользоваться полотенцами для поддерживания посуды в этом случае также опасно.

Выпаривать хлорную кислоту можно только в вытяжном шкафу с сильной тягой, чтобы предупредить попадание паров кислоты в рабочее помещение.

Когда хлорную кислоту применяют при массовых анализах, следует часто промывать водой внутренние стенки вытяжного шкафа.

РАБОТА С ТВЕРДЫМИ ЯДОВИТЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

Обращение с ядовитыми твердыми веществами требует такой же осторожности, как и с ядовитыми жидкостями. Ни в каком случае *недопустимо брать комки или порошок голыми, незащищенными руками, но обязательно щипцами, пинцетом или совочком*. Работу с порошкообразными веществами для предотвращения их распыления нужно проводить в таких местах, где нет сквозняков или сильного движения воздуха.

При систематической работе как с твердыми, так и с жидкими ядовитыми веществами полезно иметь застекленный ящик (длиной 700 *мм*, высотой 300 *мм* и шириной 400 *мм*), с одной стороны которого сделаны два круглых выреза для рук, причем здесь можно приделать клапаны из тонкой резины так, чтобы они плотно обхватывали руки при работе. Ящик может быть или переносным, или стационарным (рис. 486); в последнем случае необходимо соединить его с тягой.

При работе с особо вредными веществами применяют так называемый перчаточный бокс, хорошо защищающий работающего. Один из таких боксов, снабженный контрольной аппаратурой и приспособлениями, показан на рис. 487.

При работе с ядовитыми и вредными веществами необходимо соблюдать следующие правила:

1. *Работу следует проводить только под тягой и со всеми мерами предосторожности.*

2. Надо *иметь всегда наготове противогаз, очки, перчатки и пользоваться ими во всех необходимых случаях.*

3. *Знать правила оказания первой помощи* и иметь в лаборатории все необходимое для оказания такой помощи.

4. Если склянка или другой предмет оказались загрязнены ядовитым веществом, последнее надо *сначала удалить* фильтровальной бумагой, а затем уже обработать загрязненное место растворителем. При этом *следить*, чтобы ядовитое вещество *не попало на руки, лицо и платье.*



Рис. 486. Ящик для работы с ядовитыми веществами.

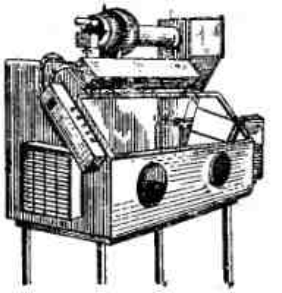


Рис. 487. «Перчаточный» бокс.

5. Жидкие ядовитые вещества отбирают только при помощи сифона или специальной пипетки.

6. *Нельзя оставлять склянки с ядовитыми веществами на столе.*

7. Прежде чем вылить ядовитое вещество в раковину, его *необходимо обезвредить.*

8. *Нагревать ядовитые вещества можно только в круглодонных колбах; недопустимо нагревание на голом огне.*

9. *Взвешивать* твердые ядовитые вещества можно *только под тягой.*

10. *Хранить и принимать пищу в комнате, где работают с ядовитыми веществами, не допускается.*

РАБОТА С РАДИОАКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

Очень большой осторожности требует работа с радиоактивными веществами, которые все чаще и чаще начинают применять при разного рода исследованиях. Основную опасность при этом представляет радиоактивное излучение.

Работу с этими веществами можно проводить, как правило, *только в специально оборудованных для этой цели помещениях.*

Лишь в отдельных случаях, предусмотренных Санитарными правилами работы с радиоактивными веществами, такие работы допускается проводить в помещениях химических лабораторий.

Подробно методы работы с радиоактивными веществами описаны в специальной литературе.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Об очистке ртути для капельного полярографического электрода см. Ферьянчич Ф. А., Труды комиссии по аналитической химии, т. II (V), Изд. АН СССР, 1949, стр. 87.

Об очистке и физических свойствах ртути см. обзор, напечатанный в Ann. N. J. Acad. Sci., **65**, № 5, 369 (1957).

Автоматическую колонку для химической очистки ртути описал Артамонов В. Г., Зав. лаб., **31**, № 2, 254 (1965); РЖХим, **1965**, 18Д62.

О рекуперации ртути, загрязненной при электролизе с ртутным катодом, см. Just M., Tratapel G., Chim. anal. **47**, № 4, 204 (1965); РЖХим, **1965**, 24Г5.

Об отравлении парами ртути и о мерах предупреждения см. Chem. Educ., **42**, № 7, A529 (1965); РЖХим, **1966**, 16А63.

Пугачевич П. П., Техника работы с ртутью в лабораторных условиях, Госхимиздат, 1961.

О методе определения паров ртути в воздухе и применении его для контроля чистоты воздуха см. Francois H., Vettier M. C., Moser Y., Rapp. CEA, 1961, № 1901, 23; РЖХим, **1962**, реф. 8Д92.

Промышленная токсикология ртути и ее соединений см. Mosur M., Ochrona pracy, 18, № 5—6, 7 (1963); РЖХим, **1964**, 4И286.

О работе с радиоактивными веществами см. Санитарные правила работы с радиоактивными веществами и источниками ионизирующих излучений, Госатомиздат, 1960; Борисов Е. Б., Техника безопасности при работе с радиоактивными изотопами, Профиздат, 1956; Злобинский Б. М., Безопасность работ с радиоактивными веществами, 2-е изд., Металлургиздат, 1961; Международная организация труда. Защита работников от ионизирующего излучения. Доклад, представленный на Международную конференцию по мирному использованию атомной энергии, Женева, Издатиплит, 1958; Либерман Е. А., Дозиметрия радиоактивных изотопов, Медгиз, 1958; Современное оборудование для работы с радиоактивными изотопами, Сборник материалов, приложение № 5 к журналу «Атомная энергия», 1958; Левинский С. В., Радиоактивные излучения и защита от них, Изд. АН СССР, 1960.

Несмеянов Ан. Н., Баранов В. И., Заборенко К. Б., Руденко Н. П., Приселков Ю. Л., Практическое руководство по радиохимии, Госхимиздат, 1956; Дополнительный том 2, Госхимиздат, 1961.

Дистиллятор для очистки фтористоводородной кислоты описали Blanshard A. T., Dovlin G. A., Lab. Pract., **12**, № 12, 1094 (1963); РЖХим, **1964**, 17Д42.

Об охране труда при работе с синильной кислотой см. Parés R. J. M., Techn. Ind., **11**, № 62, 543, 567 (1962); РЖХим, **1964**, 4И227.

О работе с хлорной кислотой в лабораториях и вытяжных шкафах см. Gawen D., Lab. Pract., **14**, № 12, 1397, 1409 (1965); РЖХим, **1966**, 12Д58.

Глава 19

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ

В химических лабораториях очень часто приходится определять плотность. В литературе прежних лет и в справочниках старых изданий приводятся таблицы удельных весов растворов и твердых тел. Этой величиной пользовались вместо плотности, являющейся одной из важнейших физических величин, которыми характеризуют свойства вещества.

Плотностью вещества называют отношение массы тела к его объему:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

где ρ — плотность;
m — масса тела, *г*;
V — объем тела, *см*^{3}.

Следовательно, плотность вещества выражают* в *г/см*^{3}.

Удельным весом γ называют отношение веса (силы тяжести) вещества к объему:

$$\gamma = \frac{G}{V}$$

Плотность и удельный вес вещества находятся в такой же зависимости между собой, как масса и вес, т. е.

$$\gamma = g\rho$$

где g — местное значение ускорения силы тяжести при свободном падении.

Таким образом, размерность удельного веса (*г/см*$^2 \cdot$ *сек*^{2}) и плотности (*г/см*^{3}), а также их числовые значения, выраженные в одной системе единиц, отличаются друг от друга**.

Плотность тела не зависит от его местонахождения на Земле, в то время как удельный вес изменяется в зависимости от того, в каком месте Земли его измерить.

В ряде случаев предпочитают пользоваться так называемой относительной плотностью, представляющей собой отношение плотности данного вещества к плотности другого вещества при определенных условиях. Относительная плотность выражается отвлеченным числом.

Относительную плотность d жидких и твердых веществ принято определять по отношению к плотности дистиллированной воды:

$$d = \frac{\rho}{\rho_в}$$

где $\rho = \frac{m}{V}$ — плотность вещества;

$\rho_в = \frac{m_в}{V_в}$ — плотность дистиллированной воды при 4 °С.

Само собой разумеется, что ρ и $\rho_в$ должны выражаться одинаковыми единицами.

Относительную плотность d можно также выражать отношением массы взятого вещества к массе дистиллированной воды, взятой в том же объеме, что и вещество, при определенных, постоянных условиях.

Поскольку числовые значения как относительной плотности, так и относительного удельного веса при указанных постоянных условиях являются одинаковыми, пользоваться таблицами относительных удельных весов в справочниках можно так же, как если бы это были таблицы плотности.

Относительная плотность является постоянной величиной для каждого химически однородного вещества и для растворов при данной температуре. Поэтому по ве-

* В ряде случаев плотность выражают в *г/мл*. Различие между числовыми значениями плотности, выраженными в *г/см*^{3} и *г/мл*, очень незначительно. Его следует принимать во внимание лишь при работах особой точности.

** В технической системе единиц (МКГСС), в которой за основную единицу принята не единица массы, а единица силы — килограмм-сила (*кГ* или *кгс*), удельный вес выражается в *кГ/м*^{3} или *Г/см*^{3}. Следует отметить, что числовые значения удельного веса, измеренного в *Г/см*^{3}, и плотности, измеренной в *г/см*^{3}, совпадают, что нередко вызывает путаницу в понятиях «плотность» и «удельный вес».

личине относительной плотности во многих случаях можно судить о концентрации вещества в растворе.

Обычно плотность раствора увеличивается с увеличением концентрации растворенного вещества (если оно само имеет плотность больше, чем растворитель). Но имеются вещества, для которых увеличение плотности с увеличением концентрации идет только до известного предела, после которого при увеличении концентрации происходит уменьшение плотности.

Например, серная кислота имеет наивысшую плотность, равную 1,8415 при концентрации 97,35%. Дальнейшее увеличение концентрации сопровождается уменьшением плотности до 1,8315, что соответствует 99,31%.

Уксусная кислота имеет максимальную плотность при концентрации 77—79%, а 100%-ная уксусная кислота имеет ту же плотность, что и 41%-ная.

Относительная плотность зависит от температуры, при которой ее определяют. Поэтому всегда указывают температуру, при которой делали определение, и температуру воды (объем взят за единицу). В справочниках это показывают при помощи соответствующих индексов, например d_4^{20}; приведенное обозначение указывает, что относительная плотность определена при температуре 20 °С и за единицу для сравнения взята плотность воды при температуре 4 °С. Встречаются также и другие индексы, обозначающие условия, при которых производилось определение относительной плотности, например d_4^{15}, d_1^{15} и т. д.

Изменение относительной плотности 90%-ной серной кислоты в зависимости от температуры окружающей среды приводится ниже:

Температура, °С	10	15	20
Относительная плотность	1,8252	1,8198	1,8144

Относительная плотность с повышением температуры уменьшается, с понижением ее — увеличивается.

При определении относительной плотности необходимо отмечать температуру, при которой оно проведено, и полученные величины сравнивать с табличными данными, определенными при той же температуре.

Если измерение проведено не при той температуре, которая указана в справочнике, то вводят поправку, вычисляемую как среднее изменение относительной плотности на один градус. Например, если в интервале между 15 и 20 °С относительная плотность 90%-ной серной кислоты уменьшается на 1,8198—1,8144 = 0,0054, то в среднем можно принять, что при изменении температуры на 1 °С (выше 15 °С) относительная плотность уменьшается на 0,0054 : 5=0,0011.

Таким образом, если определение вести при 18 °С, то относительная плотность указанного раствора должна быть равна:

$$1{,}8198 - \frac{0{,}0054\,(18-15)}{5} = 1{,}8166$$

что можно записать: $d_4^{18} = 1{,}8166$.

Однако для введения температурной поправки к относительной плотности удобнее пользоваться приведенной ниже номограммой (рис. 488).

Эта номограмма, кроме того, дает возможность по известной относительной плотности, вычисленной при стандартной температуре 20 °С, приближенно определять относительную плотность при других температурах, в чем иногда может возникнуть потребность.

Относительную плотность жидкостей можно определять при помощи ареометров, пикнометров, специальных весов и т. п.

Определение относительной плотности ареометрами. Для быстрого определения относительной плотности жидкости применяют так называемые ареометры (рис. 489). Это — стеклянная трубка (рис. 489, *а*), расширяющаяся внизу и имеющая на конце стеклянный резервуар, заполненный дробью или специальной массой (реже—ртутью). В верхней узкой части ареометра имеется шкала с делениями. Чем меньше относительная плотность жидкости, тем глубже погружается в нее ареометр. Поэтому на его шкале вверху нанесено наименьшее значение относительной плотности, которое можно определить данным ареометром, внизу — наибольшее. Например, у ареометров для жидкостей с относительной плотностью меньше единицы внизу стоит 1,000, выше 0,990, еще выше 0,980 и т. д.

Промежутки между цифрами разделены на более мелкие деления, позволяющие определять относительную плотность с точностью до третьего десятичного знака.

У наиболее точных ареометров шкала охватывает значения относительной плотности в пределах 0,2—0,4 еди-

ницы (например, для определения плотности от 1,000 до 1,200, от 1,200 до 1,400 и т. д.). Такие ареометры обычно продают в виде наборов, которые дают возможность

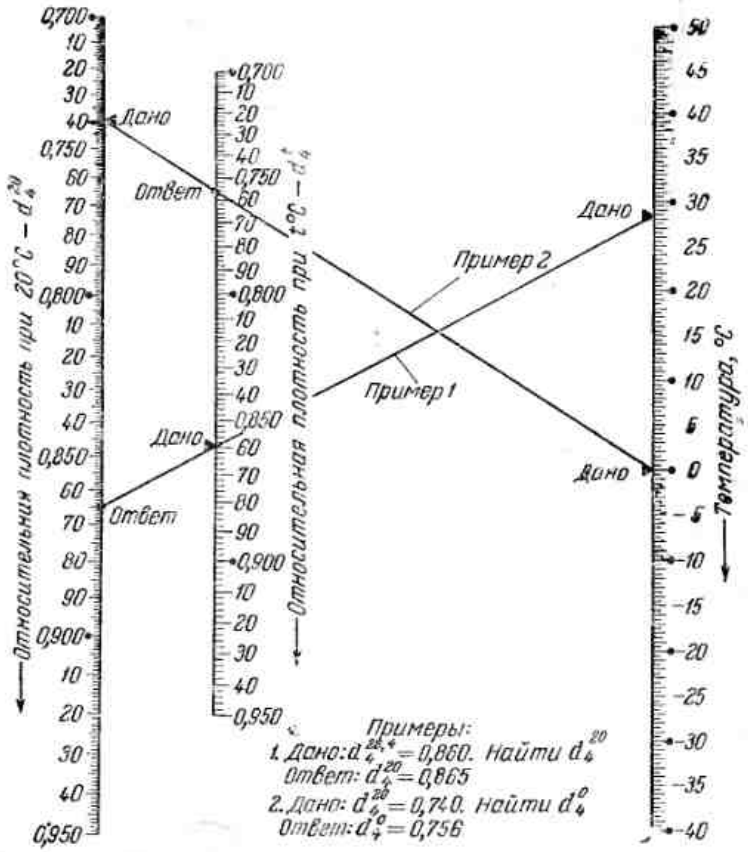


Рис. 488. Номограмма для введения температурной поправки к плотности.

определять относительную плотность в широком интервале.

Иногда ареометры снабжены термометрами (рис. 489, *б*), что позволяет одновременно измерять температуру, при которой проводится определение.

Для определения относительной плотности при помощи ареометра жидкость наливают в стеклянный цилиндр

(рис. 490) емкостью не менее 0,5 *л*, сходный по форме с мерным, но без носика и делений. Размер цилиндра должен соответствовать размеру ареометра. Наливать жидкость в цилиндр до краев не следует, так как при погружении ареометра жидкость может перелиться через край. Это бывает даже опасно при измерении плотности концентрированных кислот или концентрированных щелочей и пр. Поэтому уровень жидкости в цилиндре должен быть на несколько сантиметров ниже края цилиндра.

Иногда цилиндр для определения плотности имеет вверху желоб, расположенный концентрически, так что если жидкость при погружении ареометра перельется через край, то она не выльется на стол.

Для определения относительной плотности имеются специальные приборы, поддерживающие постоянный уровень жидкости в цилиндре. Схема одного из таких приборов приведена на рис. 491. Это — цилиндр *2*, имеющий на определенной высоте отводную трубку *3* для стекания жидкости, вытесняемой ареометром при погружении его в жидкость. Вытесняемая жидкость поступает в трубку *4*, имеющую кран *5*, через который жидкость может быть слита. Цилиндр можно наполнять исследуемой жидкостью через уравнительную трубку *1*, имеющую в верхней части цилиндрическое расширение.



Рис. 489. Ареометры.

Погружать ареометр в жидкость следует *осторожно*, не выпуская его из рук до тех пор, пока не станет очевидным, что он плавает. Тогда руку осторожно отпускают, и ареометр принимает нужное положение. Ареометр должен находиться в центре цилиндра и ни в коем случае не касаться стенок или быть к ним очень близко, так как положение ареометра в цилиндре отражается на точности показаний. Точно так же совершенно недопустимо, чтобы ареометр касался дна цилиндра (рис. 492).

Отсчет проводят по делениям шкалы ареометра. Деление, против которого установился верхний мениск жидкости, характеризует величину плотности.

После определения ареометр обмывают водой (если определялась плотность водных растворов), вытирают и убирают в специальный футляр или в ящик.

Если определяют относительную плотность жидкости, нерастворимой в воде, то обмыть ареометр нужно каким-нибудь органическим растворителем.



Рис. 490. Цилиндры для определения плотности при помощи ареометров.

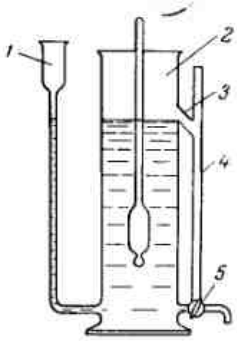


Рис. 491. Прибор для определения плотности: *1* — уравнительная трубка; *2* — цилиндр; *3* — отводная трубка; *4* — трубка; *5* — кран.



Рис. 492. Правильное положение ареометра при измерении плотности.

Ареометр требует осторожного обращения (его можно легко разбить), что нужно всегда помнить при работе с ним.

Существуют специальные ареометры, сразу дающие нужную характеристику жидкости. Так, для спирта имеются специальные спиртометры, сразу показывающие процентное содержание спирта; для молока применяются так называемые лактометры, показывающие содержание жира в молоке, и т. п.

Определение относительной плотности пикнометрами. Для определения относительной плотности жидкостей

с точностью до четвертого знака пользуются пикнометрами (рис. 493).

При определении относительной плотности вначале взвешивают пустой пикнометр, потом с водой, а затем с исследуемой жидкостью и находят массу равных объемов исследуемой жидкости и воды. Взяв отношение этих масс, получают значение относительной плотности (d_t^t).

Пусть P — масса пустого пикнометра, P_1 — масса пикнометра с исследуемой жидкостью, P_2 — масса пик-

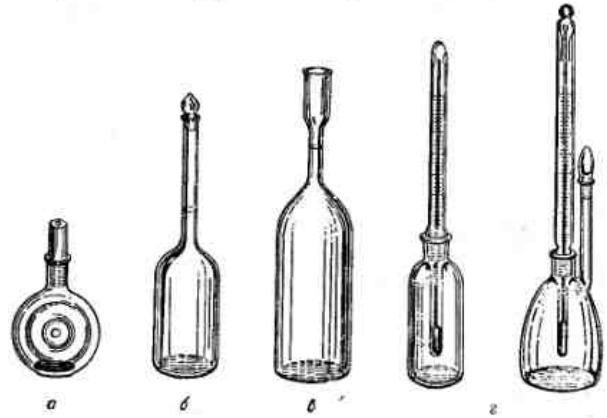


Рис. 493. Пикнометры для определения плотности: *а* — Гей-Люссака; *б* — Рейшауера; *в* — Ренье; *г* — Менделеева.

нометра с дистиллированной водой, тогда относительная плотность исследуемой жидкости равна:

$$d_t^t = \frac{P_1 - P}{P_2 - P}$$

где $(P_1 - P)$ и $(P_2 - P)$ — соответственно массы исследуемой жидкости и воды в объеме пикнометра.

Все взвешивания проводят на аналитических весах с точностью до 0,0001 *г*.

Как и при работе с ареометром, относительную плотность определяют при некоторой известной температуре, обычно при 20 °С. При этой же температуре определяют массу воды и пикнометра. Зная массу воды и найдя в таблицах ее плотность при 20 °С, можно определить емкость пикнометра при этой температуре.

В СССР принята стандартная температура 20 °С, и все общесоюзные стандарты основаны на измерениях при этой температуре.

При исследовательских работах наиболее часто применяют пикнометр Оствальда (рис. 494). На трубки *а* и *б* пикнометра надевают отрезки из тонкой резиновой трубки, закрытые стеклянными палочками.

Вначале пикнометр хорошо промывают, ополаскивают спиртом и эфиром и тщательно высушивают, просасывая через него воздух. Для этого присоединяют трубку *б* к склянке Дрекселя или Тищенко, наполненной серной кислотой, а трубку *а* — к водоструйному насосу. Когда сушка закончена, пустой пикнометр вместе с резиновыми колпачками взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 *г* и массу записывают.

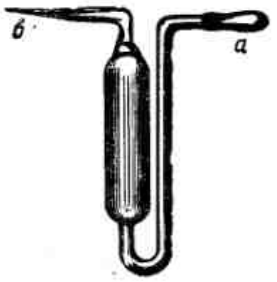


Рис. 494. Пикнометр по Оствальду.

Для удобства взвешивания в верхней части прибора (у изгибов трубок *а* и *б*) прикрепляют петельку из тонкой проволоки и за нее пикнометр подвешивают к крючку, имеющемуся у подвески чашек.

Взвешенный пикнометр заполняют водой, для чего оттянутую трубку *б* погружают в наполненный дистиллированной водой стакан и насасывают воду через резиновую трубку, надетую на трубку *а*. При этом заполняют весь пикнометр, не обращая внимания на метку, имеющуюся на трубке *а*. После этого прибор помещают на 10—15 *мин* в водяной термостат, поддерживая температуру (20 °С) с точностью до десятых долей градуса.

При определении относительной плотности пикнометр должен быть так наполнен жидкостью, чтобы она доходила до метки на трубке *а* и заполняла оттянутую трубку *б*. Если жидкость переходит за метку, то излишек осторожно удаляют фильтровальной бумагой. Если в трубке *б* остался пузырек воздуха, его выгоняют, постепенно наклоняя пикнометр.

Когда уровень жидкости установили точно, обе трубки закрывают резиновыми колпачками, причем прежде всего оттянутую трубку, а потом трубку с меткой.

Вынутый из воды пикнометр обтирают чистым полотенцем (следить, чтобы на стенках не оставалось волокон) и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 *г*. Затем выливают воду из пикнометра, снова тщательно высушивают его снаружи и внутри и наполняют исследуемой жидкостью.

Точную установку уровня жидкости в пикнометре (до метки) проводят после того, как прибор, наполненный исследуемой жидкостью, пробыл 10—15 *мин* в термостате. Взвешивание проводят, как описано выше. После окончания работы из пикнометра выливают жидкость, его моют и убирают на место.

Пикнометр дает возможность работать с очень небольшими количествами жидкости, и получаемые результаты имеют достаточную точность.

В лабораторной практике большим распространением пользуются также пикнометры Гей-Люссака (рис. 494, *а*). Порядок работы с ними такой же, как и с пикнометрами Оствальда. Если на приборе нет метки, его заполняют весь и закрывают пробкой; последняя вытесняет излишек жидкости.

Осторожного обращения требуют пикнометры, в пробку которых впаян термометр; они малоустойчивы и их легко опрокинуть и разбить.

Все описанные выше пикнометры пригодны только для определения относительной плотности легкоподвижных жидкостей, не обладающих большой вязкостью.

Плотность вязких жидкостей лучше всего определять ареометром или же при помощи гидростатических весов.

При очень точном определении относительной плотности необходимо вводить поправку на массу воздуха в объеме, занимаемом пикнометром.

Поправка Δ выражается следующей формулой:

$$\Delta = \frac{(P_1 - P) + A \cdot \lambda_4'}{(P_2 - P) + A \cdot \lambda_4'}$$

где A — объем пикнометра;

P, P_1 и P_2 — см. стр. 473;

λ — относительная плотность воздуха при барометрическом давлении и температуре в весовой комнате*.

* При температуре 20 °С и давлении 760 *мм рт. ст.* $\lambda_4^{20} = 0{,}0012$.

Определение относительной плотности при помощи гидростатических весов. Достаточно точно можно определять относительную плотность жидких и твердых тел при помощи специальных весов Мора (рис. 495) и Вестфаля (рис. 496).

Весы Мора кроме одной укороченной чашки имеют еще специальный подвесной поплавок, массу которого подгоняют таким образом, чтобы на воздухе весы находились в равновесии.

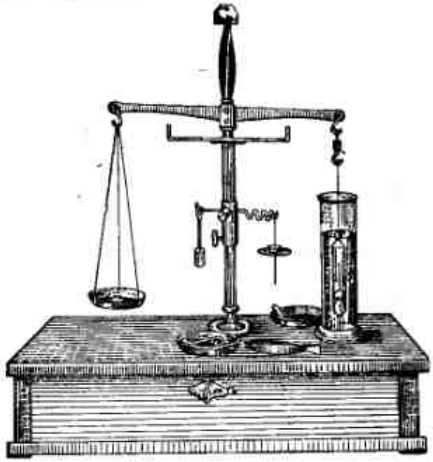


Рис. 495. Гидростатические весы Мора для определения плотности.

Весы снабжаются разновесом в виде рейтеров. Коромысло весов разделено на 10 делений.

Для определения относительной плотности твердого тела последнее подвешивают вместо поплавка, точно уравновешивают и затем погружают в воду. Подбирая массу до приведения весов в равновесие, определяют относительную плотность. Принцип определения относительной плотности здесь основан на законе Архимеда.

Если тело на воздухе уравновешивают грузом P, а при погружении этого тела в воду — грузом p, то относительная плотность тела будет равна $\frac{P}{P-p}$, т. е. массе тела, деленной на массу вытесняемой им воды.

Если определяют относительную плотность жидкости, то погружают поплавок в жидкость, находящуюся в

цилиндре. До погружения последнего в жидкость весы должны находиться в равновесии. После погружения поплавка в жидкость, находящуюся в цилиндре, весы приводят в равновесие, помещая на их правое коромысло рейтеры. Если, например, первый рейтер встал на деление «8», второй на деление «6» и третий на деление «7» правого плеча коромысла, то относительная плотность жидкости будет равна 0,867.

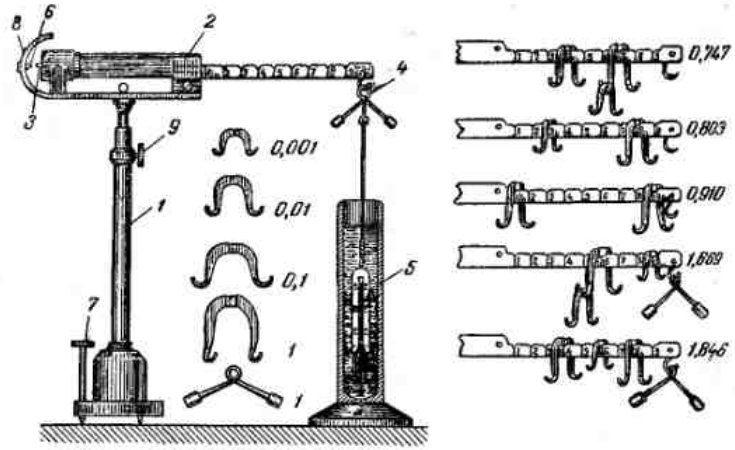


Рис. 496. Гидростатические весы Вестфаля:
1 — стойка; *2* — коромысло; *3* — стрелка; *4* — сережка; *5* — поплавок; *6* — указатель; *7* — установочный винт; *8* — шкала; *9* — прижимной винт.

Значительно бо́льшим распространением пользуются весы Вестфаля.

Весы Вестфаля отличаются от весов Мора тем, что плечи коромысла их не равны как по длине, так и по массе. Длинное и более легкое плечо разделено на 10 равных частей; на конце его подвешен на тонкой платиновой проволоке стеклянный поплавок с термометром. Масса поплавка такова, что весы на воздухе находятся в равновесии.

Для определения относительной плотности в стакан или цилиндр наливают исследуемую жидкость, предварительно приведенную к стандартной температуре. После этого погружают поплавок в жидкость так, чтобы он весь находился в ней. При этом равновесие весов нарушится. Для достижения равновесия на то плечо, на котором на-

ходится поплавок, помещают прилагаемые к каждым весам рейтеры, их обычно бывает четыре-пять. Самый большой рейтер по массе равен массе дистиллированной воды при 4 °С в объеме, вытесняемом поплавком. Другие рейтеры имеют массу в 10, 100, 1000 и 10 000 раз меньше первого.

Первый рейтер дает первый десятичный знак, второй — второй десятичный знак и т. д. Обычно ограничиваются тремя десятичными знаками.

Если, например, первый рейтер стоит на 8-м делении, второй на 9-м и третий на 5-м, то плотность жидкости будет равна 0,895.

Поправки на температуру, если определение велось не при стандартной температуре, рассчитывают, как указано выше.

Определение относительной плотности методом уравновешивания. Этот метод применяют для определения плотности твердых веществ, нерастворимых в спирте или в смеси органических веществ.

В спирт осторожно вносят испытуемое вещество, затем при постоянном перемешивании термометром добавляют понемногу дистиллированной воды до тех пор, пока вещество не перестанет опускаться на дно и окажется во взвешенном состоянии. Это произойдет, когда плотность спирто-водного раствора будет равна плотности исследуемого вещества.

После этого определяют весами Мора или Вестфаля относительную плотность спирто-водного раствора; полученное значение будет соответствовать относительной плотности исследуемого вещества.

Для определения относительной плотности мелко раздробленных и порошкообразных тел можно применять смесь нескольких органических веществ, например хлороформа или бромоформа с бензолом, толуолом или ксилолом или водные растворы двойной иодистой соли калия и ртути.

После определения плотности смесь органических растворителей нужно разогнать, но ни в коем случае не выбрасывать.

Определение относительной плотности волюмометрами. Волюмометрами (рис. 497) называют пикнометры, применяемые для определения относительной плотности порошкообразных твердых веществ. Емкость таких пикнометров обычно равна 50 *мл*. Если вещество, относительную плотность которого нужно определить, растворимо в воде, то выбирают такую жидкость, в которой исследуемое вещество не растворяется*. Для этой цели часто применяют керосин, а иногда — спирт, хлороформ и другие органические жидкости. Перед определением исследуемое вещество измельчают до порошкообразного состояния и высушивают в сушильном шкафу в течение 1,5—2 *ч* при температуре около 105 °С, если взятое вещество выдерживает нагревание до этой температуры.



Рис. 497. Волюмометр.



Рис. 498. Волюмометр с градуированным горлом.

Определение относительной плотности исследуемого вещества начинают с определения относительной плотности выбранной для сравнения жидкости, например керосина, по описанному выше пикнометрическому способу. В тот же волюмометр, предварительно тщательно промытый, высушенный и взвешенный на аналитических весах, насыпают несколько граммов исследуемого порошкообразного вещества, взвешивают и по разности масс пикнометра точно определяют навеску взятого вещества.

Затем наливают в волюмометр небольшими порциями применяемую жидкость (в данном случае — керосин),

* Жидкость должна смачивать исследуемое вещество и ее плотность должна быть меньше плотности этого вещества.

каждый раз тщательно перемешивая содержимое встряхиванием. Когда прибор будет заполнен на $^2/_3$, его помещают на 1—2 *ч* на водяную баню, нагретую до 60—65 °С, для удаления из порошкообразного вещества пузырьков воздуха. Время от времени содержимое волюмометра слегка взбалтывают. После того как выделение пузырьков воздуха закончится, прибор охлаждают, доливают до метки жидкостью и взвешивают. Таким образом определяют массу волюмометра с порошкообразным веществом и жидкостью.

Относительная плотность порошкообразного твердого тела ($d_в$) определяется по формуле:

$$d_в = \frac{Pd_ж}{P + G - F}$$

где $d_ж$ — относительная плотность жидкости;
P — масса порошкообразного вещества, *г*;
G — масса пикнометра, наполненного жидкостью, *г*;
F — масса пикнометра с порошкообразным веществом и жидкостью, *г*.

Правильные результаты этим методом можно получить только при условии, что из порошкообразного вещества будет удален весь воздух.

Если не требуется большой точности, плотность можно определять при помощи волюмометра, показанного на рис. 498. Он представляет собой колбу типа мерной, с длинным горлом, на котором нанесены деления с точностью до 0,1 *мл*, подобно тому, как это сделано на бюретках. В волюмометр наливают керосин, бензин или другую жидкость, смачивающую твердое вещество, плотность которого определяют. Уровень жидкости, после доведения ее до стандартной температуры 20 °С, должен находиться на уровне нижнего (нулевого) деления. Затем в волюмометр насыпают точную навеску измельченного вещества и содержимое колбы слегка встряхивают, стремясь к тому, чтобы жидкость смыла с внутренней поверхности горла все приставшие к ней частицы твердого тела. После этого волюмометр помещают в термостат, выдерживают в нем 20 *мин* и затем отмечают уровень жидкости в шейке волюмометра. По разности уровней жидкости после и до насыпания исследуемого вещества определяют объем взятой навески. Плотность твердого вещества определяют делением массы взятой навески на найденный объем. Точность определения с помощью этого прибора до 0,1.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Об изменении плотности порошкообразных и пористых тел, как сахар, вата, бумага и др., см. Krutzsch J., Chimia, **11**, № 11, 333 (1957); РЖХим, **1958**, № 14, 140, реф. 46551.

О новом принципе гидростатического взвешивания жидкостей см. Цейтлин В. Г., Измерит. техника, № 1, 27 (1960); РЖХим, **1960**, № 15, 159, реф. 61209, См. также Кивилис С. С., Техника измерения плотности жидкостей и твердых тел, Стандартгиз, 1959.

О методе определения плотности веществ, имеющихся в микроколичествах, см. Jones I. M., J. Sci. Instr., **38**, № 7, 303 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 2Е23.

О поплавковом приборе для измерения плотностей жидкости под давлением с применением ультразвукового метода фиксации положения поплавка см. Каптель О. И., Кузнецов Е. Л., Хожайлов Н. К., Черненко Г. В., в сб. «Применение ультразвука к исследованию веществ», вып. 14, 1961, стр. 323; РЖХим, **1962**, реф. 8Е12.

О методе проверки ареометров в одной жидкости см. Ипиц М. Д., Тютикова М. И., Измерит. техника, № 12, 17 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 15Е8.

Об измерении плотности твердых тел с применением градиентов трубки см. Кац М. Я., Приборы и техника эксперимента, № 1, 178 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 16Е21.

Об ареометрах и определении плотности жидкостей см. Rands I. B., Notes Appl. Sci. Nat. Phys. Lab., № 25, 31 (1963); РЖХим, **1962**, реф. 13Е6.

О денсиметре высокого давления см. Poole D. R., Nyberg D. G., J. Sci. Instr., **39**, № 11, 576 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 13Д18.

Установка для измерения плотности жидкостей при высокой температуре до 500 °С и под давлением до 20 *кг/см*^{2} описана Bessonat R., Chevanel H., Elberg S., J. Phys. Chem., **24**, № 6, suppl. A81 (1963); РЖХим, **1964**, 10Д28.

Глава 20

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КИПЕНИЯ

Каждая чистая жидкость кипит при вполне определенной постоянной температуре, зависящей от внешнего давления. Таким образом, постоянство температуры кипения жидкости может служить* критерием ее чистоты. Если высушенная жидкость при определенном давлении (нормальном или пониженном) полностью перегоняется при температуре, указанной в справочнике, то с известным основанием можно утверждать, что она является химически чистой. В противном случае жидкость чем-то загрязнена.

В лабораторной практике часто приходится определять температуру кипения жидкостей.

Самым простым прибором для определения температуры кипения является прибор, изображенный на рис. 499. Это — круглодонная колба *1*, имеющая широкое горло. Последнее закрывают пробкой, в которую вставлены термометр *2* и согнутая трубка *3*. Емкость колбы *1* должна быть не менее 50 *мл*. Жидкость, температуру кипения которой нужно определить, наливают в количестве, равном приблизительно $^1/_4$ объема колбы. При определении температуры кипения чистой жидкости резервуар термометра находится на небольшом расстоянии от поверхности жидкости и не должен касаться ее. Если определяют температуру кипения раствора, то резервуар термометра опускают в жидкость. Образующиеся пары жидкости уходят через изогнутую трубку *3*, которую можно соединить с холодильником.

Если температура кипения жидкости не выше 90 °С, то нагревать ее лучше всего на водяной бане. Если температура кипения выше 90 °С, то нагревать можно при помощи маленькой газовой горелки или электрической воронкообразной печи (колбонагревателя).

Наблюдения за показаниями термометра следует вести в течение не менее 15 *мин* и считать температурой кипения ту, которую будет показывать установившийся столбик ртути.

Если взята чистая жидкость, постоянная температура кипения устанавливается быстро; если же жидкость содержит какие-либо примеси, температура кипения будет изменяться.

Так как все температуры кипения, указываемые в справочниках, относятся к нормальному давлению (760 *мм рт. ст.*), то полученную температуру кипения также следует привести к этому давлению. Поэтому одновременно с показаниями термометра следует обязательно отмечать атмосферное давление по барометру и записывать, например, так:

Температура кипения . . .	132 °С
Показание барометра . . .	753 *мм рт. ст.*

На основании этих данных вычисляют температуру кипения жидкости при 760 *мм рт. ст.*

Для многих жидкостей в справочниках есть таблицы поправок температур кипения при разных давлениях для приведения их к 760 *мм рт. ст.*

Если же таблиц нет, то можно вычислить вероятную поправку, так как температура кипения многих жидкостей при 760 *мм рт. ст.* изменяется приблизительно одинаково — на 0,038 °С (или 3/80) с изменением давления на 1 *мм рт. ст.* Если давление B, определяемое по барометру, меньше 760 *мм рт. ст.*, то к наблюдавшейся температуре кипения следует прибавить величину, получаемую из формулы:

$$t_1 = \frac{3}{80}(760 - B)$$

Если давление выше, то вычитают величину, получаемую из формулы:

$$t_2 = \frac{3}{80}(B - 760)$$

Кроме указанного прибора, требующего довольно большого объема жидкости, имеется ряд других, которые дают

* Следует иметь в виду, что жидкие азеотропные смеси также кипят при постоянной температуре (см. стр. 492).

возможность работать с небольшими количествами ее (от 1 до 5 *мл*).

Аппарат, изображенный на рис. 500, состоит из сосуда *1* диаметром 35 *мм* и длиной 170 *мм*, в него на пробке вставляют другой сосуд *2* диаметром 18 *мм* и длиной 170 *мм*. В середине этого сосуда имеется боковая загнутая внутрь трубка *3*, доходящая почти до дна сосуда *2*.

Термометр *4* вставляют на пробке в сосуд *2* до дна его. Для определения точки кипения в этом приборе наливают

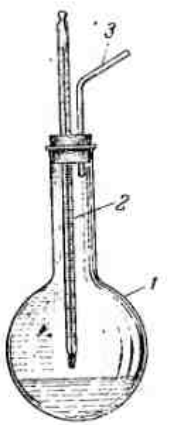


Рис. 499. Прибор для определения температуры кипения:
1 — колба; *2* — термометр; *3* — согнутая трубка.

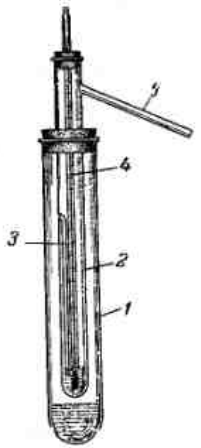


Рис. 500. Прибор Руппа для определения температуры кипения:
1 — внешний сосуд; *2* — внутренний сосуд; *3* — загнутая трубка; *4* — термометр; *5* — отводная трубка.

3—5 *мл* жидкости в сосуд *1* и нагревают голым пламенем. Для равномерного кипения в жидкость полезно добавить 0,2—0,3 *г* пемзы зернами диаметром 1 *мм*, предварительно хорошо прокипяченной с разбавленной HCl, промытой и прокаленной. Образующиеся пары жидкости через трубку *3* поступают в сосуд *2* и выходят из него через отводную трубку *5*.

Прибор очень удобен в работе и дает хорошие результаты. В особенности этот прибор пригоден для жидкостей и твердых тел с высокой температурой кипения (выше 300 °С).

Если имеется всего несколько капель жидкости, ее температуру кипения можно определять при помощи прибора Сиволобова. Прибор представляет собой стеклянную трубку длиной около 100 *мм* и внутренним диаметром около 5—6 *мм*, один конец которой сужен почти вдвое и запаян. Длина суженного конца около 10 *мм*.

При помощи капиллярной пипетки узкую часть трубки заполняют теплоносителем. В жидкость опускают запаянный с одного конца очень тонкий стеклянный капилляр такой же длины, как и основная трубка, в капилляр наливают несколько капель определяемой жидкости. К термометру прикрепляют трубку с капилляром и опускают в прибор для определения температуры кипения. Когда при нагревании температура жидкости будет близка к температуре кипения, из капилляра начинают выделяться отдельные воздушные пузырьки. Когда будет достигнута температура кипения, из капилляра через жидкость проходит равномерный ток пузырьков. При повторении определения температуры кипения капилляр в приборе заменяют другим.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О приборах для определения температуры кипения см. Михайлов Л. А., Парташникова М. З., Зав. лаб., **23**, № 11, 1338 (1957); Lykos P. G., Chem. Educ., **35**, № 11, 565 (1958).

Вайсбергер А., Физические методы органической химии, т. 1, Издатинлит, 1950; Вейганд К., Методы эксперимента в органической химии, т. 1, Издатинлит, 1950; Черонис Н., Микро- и полумикрометоды органической химии, Издатинлит, 1960.

О микрометоде определения температуры кипения см. Böhme H., Böhm R. H., Mukrochim. Acta, № 2, 270 (1959); РЖХим, **1959**, № 21, 157, реф. 74745.

Глава 21

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ

Температура плавления твердых веществ и ее постоянство при плавлении, так же как и температура кипения жидкостей, служит признаком чистоты или загрязненности исследуемого продукта и является вполне определенной и характерной величиной для каждого чистого твердого вещества. Примеси посторонних веществ изменяют температуру плавления данного вещества.

Постоянство температуры при плавлении твердого вещества, однако, не всегда является специфическим свойством химически чистого вещества, так как известны такие смеси веществ, взятых в определенном соотношении, которые имеют постоянную температуру плавления.

Для определения температуры плавления исследуемое вещество должно быть по возможности тонко измельчено.

Предварительно следует заготовить капилляры, которые можно самому вытянуть из стеклянных трубок (см. гл. 25 «Элементарные сведения по обращению со стеклом»). Капилляры должны иметь внутренний диаметр в пределах 0,5—0,8 *мм* и длину в пределах 70—90 *мм*. Один из концов капилляра должен быть запаян.

Желательно, чтобы открытый конец капилляра имел несколько больший диаметр, представляя как бы воронку, через которую удобно вводить исследуемое вещество.

Для заполнения капилляра открытый конец его погружают в измельченное вещество, затем переворачивают капилляр и постукиванием добиваются, чтобы порошок сместился в нижнюю часть капилляра. Повторяя операцию несколько раз, заполняют капилляр так, чтобы высота столбика вещества была не менее 4—5 *мм*.

Перед опусканием в прибор для определения температуры плавления капилляр вытирают и прикрепляют к термометру; нижний конец капилляра и резервуар термометра должны находиться на одном уровне. Если вещество имеет температуру плавления, не превышающую 150 °С, для прикрепления капилляра к термометру можно поль-

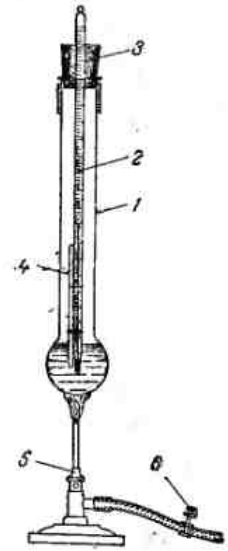


Рис. 501. Прибор для определения температуры плавления:

1 — колба с удлиненным горлом; *2* — термометр; *3* — пробка; *4* — капилляр; *5* — микрогорелка; *6* — винтовой зажим.

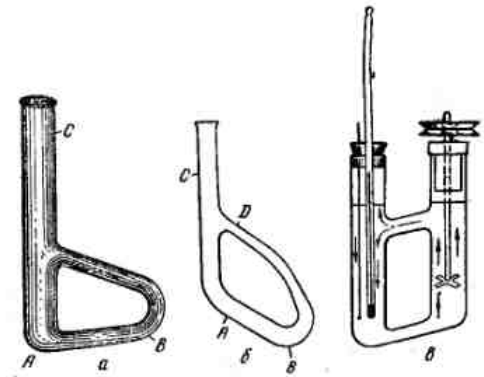


Рис. 502. Приборы для определения температуры плавления:

а — Тиле; *б* — Дешиса; *в* — Эвери.

зоваться резиновыми кольцами, которые нарезают из резиновой трубки небольшого диаметра. Если температура плавления испытуемого вещества превышает 150 °С, прикреплять капилляр следует тонкой металлической проволокой.

Удобен также прибор (рис. 501), представляющий собой колбу емкостью около 80 *мл* с удлиненным горлом. В горло колбы вставляют термометр, укрепленный в резиновой пробке, прорезанной так, чтобы была видна шкала термометра и чтобы внутренняя часть колбы сообщалась с атмосферой. К нижней части термометра прикре-

пляют капилляр так, как описано выше. Колбу наполняют парафином и подогревают микрогорелкой, подачу газа в которую регулируют винтовым зажимом.

Более совершенным является прибор Тиле (рис. 502, *а*); его заполняют глицерином или парафиновым маслом. Горизонтальную часть (*А—В*) обвертывают асбестом и нагревают горелкой. Жидкость постоянно циркулирует в приборе, что способствует равномерному обогреву термометра и капилляра, которые помещают в вертикальной части (*С—А*) прибора. Эту часть прибора лапкой прикрепляют к штативу.

Для электрического обогрева на горизонтальную часть прибора (*А—В*) наматывают нихромовую проволоку диаметром 0,04 *мм* (10 оборотов), сверху наносят слой толщиной не менее 5 *мм* асбестового цемента, который можно изготовить самому, замешав мелковолокнистый асбест с жидким стеклом. Конец проволоки выводят наружу и при нагревании присоединяют к электрической сети.

Деннис улучшил прибор Тиле, несколько видоизменив его форму (рис. 502, *б*); такая форма способствует лучшей циркуляции обогреваемой жидкости, а следовательно, и более равномерному нагреванию капилляра. Принцип действия прибора такой же, как и прибора Тиле.

Другое видоизменение прибора Тиле сделано Эвери. Прибор (рис. 502, *в*) состоит из двух соединенных между собой пробирок. В левую часть прибора погружают почти до дна термометр с капилляром, в правую часть прибора помещают маленькую мешалку. Прибор заполняют глицерином или парафином. Принцип действия прибора такой же, как и прибора Тиле.

Быстрое определение температуры плавления удобно проводить на приборе Кофлера* (рис. 503). Это хромированный металлический брусок длиной 400 *мм* и шириной около 40 *мм*. Один конец бруска нагревают при помощи электричества до 260 °С. Противоположный, необогреваемый конец бруска, должен иметь температуру около 50 °С. Прибор имеет температурную шкалу с движком и передвижным рейтером, что облегчает определение температуры на любом участке поверхности бруска.

Для определения температуры плавления немного исследуемого вещества наносят на брусок, и уже через несколько секунд можно наблюдать границу раздела расплавившегося и оставшегося твердым исследуемого вещества. Для получения однозначных результатов на этом приборе необходимо учитывать изменения, которые вызываются изменяющейся температурой помещения. Поэтому показания температурной шкалы проверяют по температуре плавления какого-либо известного вещества до и после каждого определения исследуемого вещества. Весь процесс, включая проверку, требует не больше 2 *мин*.

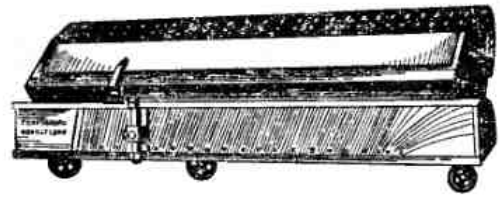


Рис. 503. Прибор Кофлера для быстрого определения температуры плавления.

Прибор пригоден для определения температуры плавления не только чистых веществ, но и смесей.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О приборах для определения температуры плавления см. Wright G., Canad. J. Technol., **34**, № 2, 89 (1956); РЖХим, **1957**, № 13, 256, реф. 45007; Ebert A., Chem. Rund., 10, № 11, 254 (1957); РЖХим, **1958**, № 3, 128, проф. 7767; Чмутов К. В., Техника физико-химического исследования, Госхимиздат, 1948; Вайсбергер А., Физические методы органической химии, т. 1, Издатинлит, 1950; Вейганд К., Методы эксперимента в органической химии, т. 1, Издатинлит, 1950; Физер Л., Линстед Р., Современные методы эксперимента в органической химии, Госхимиздат, 1960.

Об определении температуры плавления в пределах 100—350 °С с точностью 0,1 °С см. Rast K., Chem. Ing. Techn., **29**, № 4, 277 (1957); РЖХим, **1958**, № 14, 136, реф. 46525.

О новой конструкции прибора для определения температуры плавления см. Barber H. J., Odebl D. P., Wragg W. R., Chem. a. Ind., № 6, 153 (1958); РЖХим, **1958**, № 16, 139, реф. 53601.

О новом типе прибора для определения температуры плавления см. Margasiński Z., Przybylski E., Chem. Analit. (Polska), **6**, № 4, 607 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 13Е17.

Улучшенный микрометод определения точки плавления и его применение для определения криоскопической постоянной камфоры см. Feid K., Acta phys. austriaca, **16**, № 3—4, 350 (1963); РЖХим, **1964**, 12Б462.

* Kofler L., Kofler W., Mikrochem. J., **34**, 374 (1949).

Глава 22

ГАЗОВЫЕ БАЛЛОНЫ И ОБРАЩЕНИЕ С НИМИ

В лабораторной практике довольно часто приходится пользоваться различными газами, которые обычно хранят в жидком или сжатом состоянии в специальных стальных баллонах различной емкости.

Наиболее часто в лабораториях применяют кислород, азот, хлор, двуокись углерода, водород, сжатый воздух и аммиак, реже — ацетилен и метан.

Для хранения газов применяют специальные баллоны, имеющие опознавательную окраску; баллоны с газами окрашивают в следующие цвета:

Кислород	Водород	Аммиак	Хлор
Синий с черной надписью: «Кислород»	Темно-зеленый с тремя красными кольцами и красной надписью: «Водород»	Желтый с черной надписью: «Аммиак»	Защитный с синей надписью: «Хлор»
Метан	**Азот**	**Сжатый воздух**	**Двуокись углерода**
Красный с белой надписью: «Метан»	Черный с желтой надписью: «Азот»	Черный с белой надписью: «Сжатый воздух»	Черный с белой надписью: «Углекислота»

По конструкции баллоны (рис. 504) разделяются на два типа: для сжатых газов и для сжиженных газов; последние обычно внутри имеют сифонную трубку.

Для хранения сжатых газов применяют простые баллоны (рис. 504, *а*). Баллон для хлора (рис. 504, *б*) состоит из корпуса *1*, навинчивающегося колпака *4* и вентиля *3*. Внутри баллона от горла его и почти до дна проходит сифонная трубка, через которую жидкий хлор поступает в вентиль.

Однако встречаются также баллоны для хлора и без сифонной трубки.

Для хранения ацетилена применяют специальные баллоны, которые заполняют пористой массой (например, углем), пропитанной раствором ацетилена в ацетоне.

При работе с газовыми баллонами прежде всего нужно следить, чтобы в *нерабочем состоянии на баллон был всегда навинчен колпак.*

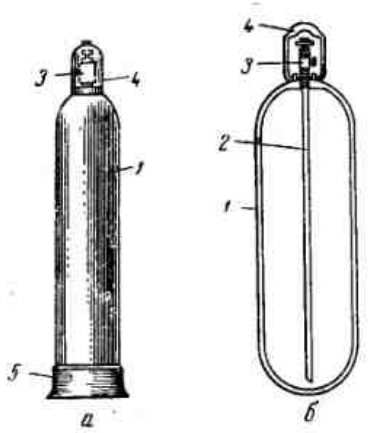


Рис. 504. Устройство газовых баллонов:
а — простой; *б* — с сифоном; *1* — корпус; *2* — сифонная трубка; *3* — вентиль; *4* — колпак; *5* — пятка баллона.

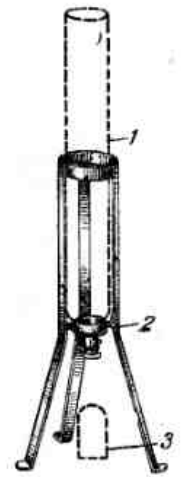


Рис. 505. Штатив для газового баллона:
1 — баллон; *2* — штатив; *3* — навинчивающийся колпак.

Передвигать баллоны следует по возможности *осторожно*, так как толчки могут привести к взрыву. Лучше всего баллон поместить в специальный штатив (рис. 505).

Нельзя помещать газовые баллоны в местах, где они могут нагреваться, так как это может привести к взрыву. Как правило, баллоны должны стоять не ближе чем на 1 *м* от печей, отопительных батарей или других источников тепла. Летом заботятся о том, чтобы на баллон с газом не падали прямые солнечные лучи, что также может вызвать нагревание газа.

Необходимо следить за тем, чтобы *выпускной вентиль не был загрязнен*, в особенности каким-либо жиром или маслом (это имеет особое значение для баллонов с кисло-

родом и другими газами-окислителями, так как возможно возгорание смазки и взрыв). Поэтому *не допускается смазывание вентилей* чем бы то ни было.

После опорожнения баллона его нужно сразу же отправить на заполнение, причем обязательно следить за тем, чтобы не путать баллонов из-под разных газов. Если баллон не имеет опознавательной окраски или надписи, обязательно нужно приклеить к баллону ярлык с указанием, какой газ был в нем.

Расходуя газ, никогда не следует снижать давление его в баллоне до атмосферного. При перезарядке баллонов на заводе исследуют находящийся в них газ, что значительно облегчается, когда газ находится под некоторым давлением.

Периодически *баллоны необходимо испытывать на давление*; это испытание проводят только на заводе. На баллоне должна быть отметка о времени последнего испытания.

Совершенно недопустимо работать с неисправными баллонами или с такими, которые не проверялись в течение нескольких лет. Если в баллоне обнаружится какая-либо неисправность, например не открывается вентиль или происходит просачивание газа через закрытый вентиль, баллон следует немедленно отправить на завод, производивший заполнение.

Ни в каком случае *не допускается исправление вентиля собственными средствами*. Особенно это нужно помнить при работе с ядовитыми газами, так как *неисправность вентиля* при попытке открыть его *может привести к несчастному случаю*.

Газ из баллона выпускают через выпускной вентиль (рис. 506). На штуцер *1* вентиля навинчивают ниппель — бронзовую или латунную трубку с очень узким внутренним диаметром. Наружный диаметр ниппеля около 2—3 *мм*. Ниппель имеет припаянную гайку, навинчивающуюся на штуцер *1*. В нерабочем состоянии штуцер закрыт навинчивающейся гайкой *2*.

Когда на штуцере *1* закреплен ниппель или (в крайнем случае) резиновая трубка для высоких давлений (с прокладкой), осторожно поворачивают маховичок *3*. В зависимости от того, какая интенсивность струи газа необходима, маховичок поворачивают больше или меньше, регулируя этим выпуск газа.

После окончания работы прежде всего закрывают возможно плотнее вентиль, затем снимают ниппель и вместо него навинчивают гайку *2* и, наконец, надевают на баллон колпак, следя за тем, чтобы и он был хорошо завинчен.

Для точной регулировки подачи газа необходимо применять так называемые редукционные вентили. Они бывают различных конструкций и отличаются друг от друга (в зависимости от редуцируемого газа)

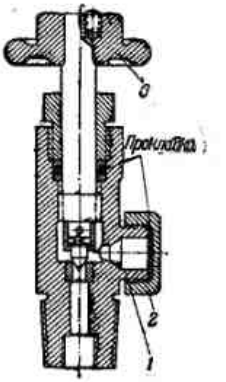


Рис. 506. Выпускной вентиль:

1 — штуцер; *2* — навинчивающаяся гайка; *3* — маховичок.

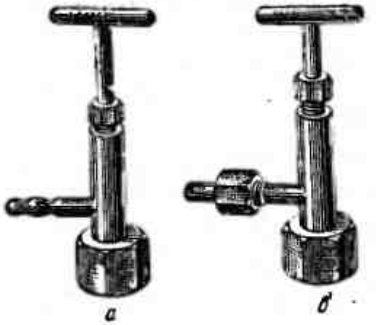


Рис. 507. Редукционный вентиль по Росиньолу.

пропускной способностью, величиной рабочего давления, принципом действия.

Лабораторные редукционные вентили имеют небольшую пропускную способность, до 1 $м^3/ч$, и снабжены микрометрическим винтом, при помощи которого можно точно дозировать расход газа. Наиболее совершенные вентили имеют два манометра, один из которых показывает давление газа в баллоне, а другой давление струи выходящего газа.

Различаются редукционные вентили: для кислорода, для водорода, для ацетилена и т. д. Обычно редукционные вентили окрашивают в тот цвет, в который окрашен газовый баллон. *Для каждого газа должен быть свой редукционный вентиль.*

Редукционный вентиль прикрепляют на баллон при помощи накидной гайки к штуцеру выпускного вентиля, в зависимости от того, для какого газа предназначен баллон, эта гайка имеет правую или левую резьбу. Например, вентили для кислорода имеют правую резьбу, а для водорода—левую.

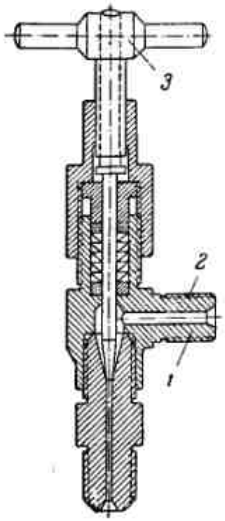


Рис. 508. Вентиль точной регулировки (игольчатый): *1* — штуцер; *2* — навинчивающаяся гайка; *3* — маховичок.

В лабораториях иногда встречаются более простые редукционные вентили, например вентили по Росиньолу (рис. 507). Один из них (рис. 507, *а*) приспособлен для насаживания на него резинового шланга, а другой (рис. 507, *б*) — для привинчивания ниппеля. Гибкий шланг или резиновую трубку для высоких давлений следует *прочно закреплять на вентили проволокой* так, чтобы при пуске газа они не слетали.

Применение при работе с баллонами редукционных вентилей гарантирует от слишком бурного вытекания газа и несчастных случаев, которые могут произойти в результате этого. Для выпуска газа сначала открывают редукционный вентиль, затем очень осторожно — выпускной.

Часто баллоны снабжают так называемыми игольчатыми выпускными вентилями (рис. 508), которые дают возможность при отсутствии редукционного вентиля сравнительно точно регулировать выпуск газа. Эти вентили называют также вентилями точной регулировки.

Сжатые или жидкие газы нельзя отбирать непосредственно в реакционный сосуд, предварительно их следует пропускать через предохранительную склянку, аналогично тому, как это делается при работе с вакуум-насосами.

Баллоны с сжиженными газами, имеющие сифонные трубки, при работе следует перевертывать (особенно это относится к баллонам для хлора), что предохраняет от выбрасывания из баллона струи сжиженного газа.

Жидкая двуокись углерода при медленном выпускании из баллона сразу переходит в газообразное состояние; если же ее выпускать быстро, то она переходит в твердое состояние, образуя «снег» или «сухой лед», имеющий температуру от —79 до —80 °С.

При работе с газовыми баллонами нужно в основном руководствоваться следующими правилами:

1. Баллон должен быть правильно закрыт.
2. *Осторожно обращаться с наполненным газом баллоном.*
3. *Нельзя пользоваться неисправным баллоном.*
4. При работе с газовым баллоном *сначала открывают редукционный вентиль, затем осторожно выпускной*, следя, чтобы газ выходил под определенным давлением.
5. *Баллон должен быть защищен от нагревания.*
6. *Следить за степенью наполнения баллона газом* и, когда он израсходуется, отправить баллон на наполнение.
7. *Запомнить опознавательную окраску баллонов* для каждого газа или наклеить на баллон этикетку с обозначением газа и времени наполнения.
8. Экономно расходовать газ.
9. *Периодически отправлять баллоны на проверку.*

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О газовых баллонах см. Фалькевич А. С., Аппаратура для газовой сварки, ОНТИ, 1936; Кац М. И., Техника безопасности при эксплуатации и хранении баллонов со сжатыми, сжиженными и растворенными газами, Госхимиздат, 1960.

О сжатых газах см. Юрьев Ю. К., Практические работы по органической химии, Изд. МГУ, 1967.

Глава 23

РАБОТА С ПРИМЕНЕНИЕМ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ

При проведении многих химических работ возникает необходимость пользоваться высоким давлением. Так, многие органические вещества можно синтезировать только в условиях повышенного давления.

Повышенное давление в рабочем пространстве может быть создано:

1. Давлением паров веществ, применяемых для реакции, или образовавшихся газообразных продуктов последней, при нагревании реакционного сосуда до высокой температуры при постоянном объеме пространства, в котором протекает реакция.

2. Искусственным увеличением давления с помощью специальных приспособлений.

3. Уменьшением пространства, в котором протекает реакция, или уменьшением объема в сочетании с нагреванием.

Ниже будут рассмотрены только два первых приема.

Устройство аппаратуры для работы с естественным давлением, развивающимся при нагревании или в результате реакции, зависит от количества применяемых для реакции веществ и отчасти то того, какое давление нужно для данной реакции.

Когда для реакции применяют малые количества вещества, пользуются толстостенными запаянными трубками из термически прочного стекла. Такие трубки выдерживают внутреннее давление до 10—12 *атм*. Вещества, применяемые для проведения реакции, помещают в запаянные с одного конца трубки. Реагенты не должны оставаться на внутренних стенках близко к открытому концу трубки. У заполненной трубки оттягивают открытый конец так, чтобы образовался толстостенный капилляр длиной около 10 *мм*, который затем запаивают.

Трубки нагревают до 100 °С в специальных приспособлениях, обогреваемых на водяной бане или водяным паром. Если же необходимо нагревание до более высокой температуры, то применяют специальные бронированные трубчатые печи с газовым или электрическим обогревом, снабженные или термометрами, или другими приспособлениями для измерения температуры. Запаянные трубки перед помещением их в печь предварительно обертывают или бумагой (при нагревании не выше 100 °С), или листовым асбестом (при нагревании до более высокой температуры), причем класть их в печь нужно так, чтобы часть капилляра выходила наружу. Печь должна стоять наклонно, чтобы капиллярный конец трубки был выше другого ее конца.

При нагревании трубок в печах возможен взрыв. Поэтому нагревание обычно проводят в отдельных помещениях, приспособленных для этой цели.

Когда реакция окончена, трубкам следует дать остыть; вскрывают их только тогда, когда они остынут до комнатной температуры. Трубки вскрывают с большой осторожностью, не вынимая их из печи. Капиллярный конец трубки вначале осторожно нагревают, чтобы удалить находящуюся в нем жидкость. Когда это достигнуто, капилляр нагревают тонким пламенем паяльной горелки до тех пор, пока имеющиеся в трубке газы находящиеся под давлением, не прорвут размягчившееся стекло капилляра. Когда давление в трубке уравняется с атмосферным, трубку можно вынуть из печи и отрезать оттянутый конец.

Когда для проведения реакции применяют относительно большие количества веществ (несколько десятков или сотен грамм), для работы применяют специальные аппараты, так называемые химические а в т о к л а в ы, приспособленные для работы под давлением.

Такие автоклавы подразделяют на автоклавы низкого давления (до 10 *атм*) и автоклавы высокого давления (до 1000 *атм*). Первый тип ближе подходит к бактериологическим автоклавам и применяется не так часто. Наибольшим распространением пользуются автоклавы второго типа, т. е. автоклавы высокого давления. Условно принято считать, что пределом высокого давления является 1000 *атм*. Давление свыше 1000 *атм* относят уже к об-

ласти сверхвысоких давлений и работы с таким давлением требуют специальных приборов и особой предосторожности.

Лабораторные химические автоклавы имеют обычно емкость 0,25—5 *л*. Они рассчитаны на давление до 100 *атм*. Чаще всего встречаются автоклавы, рассчитанные на давление 15—25 *атм*. Имеются автоклавы (рис. 509), рассчитанные на давление до 1000 *атм* и нагревание до 500 °С.

При работе с автоклавом сначала отвинчивают болты и открывают крышку. Внутреннюю поверхность автоклава хорошо очищают и моют. Затем, вытерев бак досуха, вводят реакционную массу, закрывают крышку, проверив предварительно, проложена ли прокладка. Болты на крышке завинчивают не подряд, а в следующем порядке: вначале завинчивают один какой-либо винт, потом тот, который стоит против завинченного на противоположном конце диаметра, и т. д. Очень важно, чтобы крышка не имела перекосов. Предохранительный клапан должен быть установлен на заданное давление. Проверяют, закрыт ли спускной кран, и вставляют в гнездо термометр. Еще раз проверяют, правильно ли собран аппарат, и, если необходимо, создают требуемое давление. Только после этого начинают обогревать автоклав. Обогрев проводят в течение заданного времени.

В настоящее время наиболее распространен обогрев в специальных электропечах. В зависимости от того, в каком автоклаве проводится работа — в подвижном или укрепленном стационарно, применяют или цилиндрическую электропечь с кожухом или разъемную, сделанную из двух полуцилиндров, соединенных петлями. В последнем случае оба полуцилиндра обычно заключают в железные кожухи. Мощность электропечей для автоклавов может быть около 3 *квт*. Для регулирования температуры применяют мощные реостаты или автотрансформаторы. Если приборов для регулирования температуры нет, обогрев следует периодически включать и выключать. Во время обогрева время от времени проверяют показания манометра и температуру. По истечении установленного времени обогрев прекращают и дают аппарату полностью остыть, или же, открыв спускной кран, уравнивают давление с атмосферным, и только после этого можно открывать автоклав.

Автоклав, находящийся под давлением, открывать нельзя, так как это может привести к несчастному случаю.

При органических синтезах применяют лабораторные автоклавы (рис. 510), снабженные мешалкой. По объему

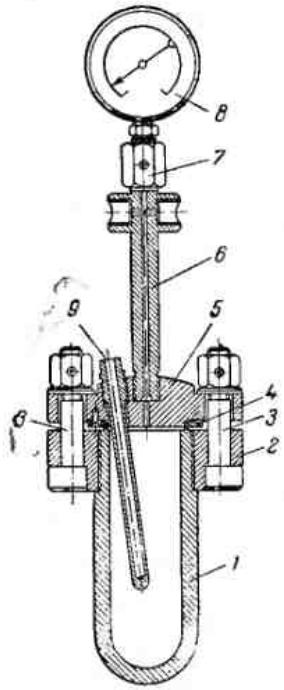


Рис. 509. Автоклав высокого давления:

1 — корпус; *2* — нижний фланец; *3* — болты; *4* — затвор; *5* — верхний фланец; *6* — удлинитель головки; *7* — гайка; *8* — манометр; *9* — карман для термометра.

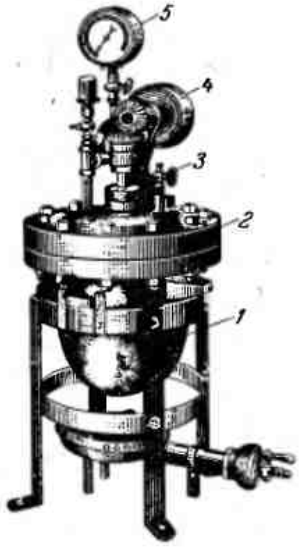


Рис. 510. Автоклав для низкого давления с мешалкой:

1 — корпус; *2* — крышка; *3* — кран для спуска давления; *4* — шкив к мешалке; *5* — манометр.

они такие же, как и описанный выше, но работать с ними можно только при давлении до 15 *атм*. Крышку такого автоклава крепят к корпусу при помощи болтов.

На рис. 511 показан автоклав для высокого давления с мешалкой.

Обогрев нужно начинать, только когда будет проверена правильность сборки аппарата. Мешалка приводится во вращение электромотором мощностью 0,2—0,25 *л. с.*

Автоклавы с мешалками могут быть заменены вращающимися и качающимися автоклавами. Наиболее удобны

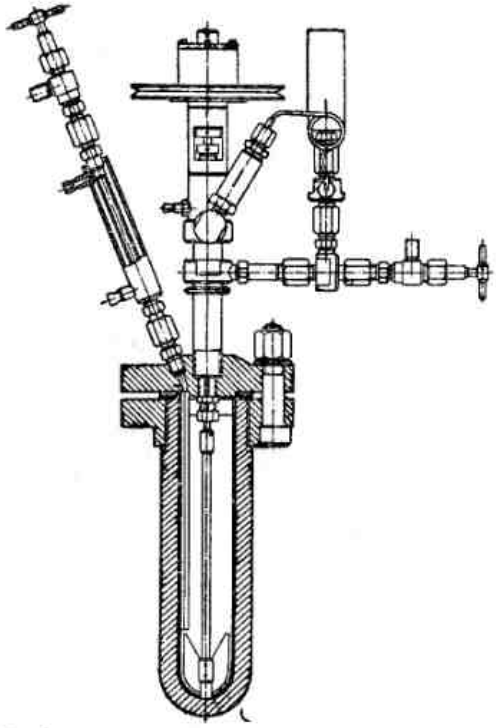


Рис. 511. Автоклав для высокого давления с мешалкой.

вращающиеся автоклавы, качающиеся автоклавы менее удобны, так как их устанавливают на специальных аппаратах для встряхивания, работа которых сопровождается значительным шумом.

После окончания реакции автоклав открывают с соблюдением описанных выше условий. Отвинчивать болты нужно также крест-накрест и только после того, как давление будет полностью спущено.

Работа с автоклавом требует большой осторожности и точного соблюдения всех требований техники безопасности. *Работать можно только с проверенными автоклавами и создавать давление не выше указанного в паспорте, приложенном к аппарату.*

Давление внутри автоклава может быть поднято или нагнетанием газа или сжатым газом из баллона. Газ поступает по гибким цельнотянутым медным или железным капиллярным трубкам с наружным диаметром от 2 до 6 *мм*. Такие трубки могут выдерживать давление от 200 до 600 *атм*. К концам этих трубок припаивают специальные конусы, снабженные накидными гайками, диаметр и резьба которых точно соответствуют диаметру и резьбе ниппеля автоклава и штуцеру на выпускном вентиле баллона (см. гл. 22 «Газовые баллоны и обращение с ними»). Герметичность соединения достигается путем завинчивания накидной гайки, прижимающей конус к отверстию ниппеля. Для того чтобы наполнить автоклав газом, приоткрывают вентиль баллона, постоянно наблюдая за показаниями манометра. Когда будет достигнуто нужное давление, впуск газа прекращают, а баллон отсоединяют, предварительно закрыв автоклав.

Нужно быть крайне внимательным при впускании газа из баллона в автоклав, *особенно если приходится работать с вредными или опасными газами* (хлор, фосген, ацетилен и др.), а также при спускании давления после работы. *Следует строго придерживаться всех правил техники безопасности. Работающий с автоклавами должен пройти специальный инструктаж.*

Для работы с автоклавами должны быть отведены специальные комнаты — автоклавные. По требованиям техники безопасности стены, потолки и двери таких комнат изготовляют из котельного железа соответствующей толщины. На уровне глаз в стене или в двери делают окошко небольшого диаметра, так называемый «глазок» для наблюдения за работой автоклава.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Циклис Д. С., Техника физико-химических исследований при высоких давлениях, изд. 2-е, Госхимиздат, 1958.

Описание лаборатории для работы с высокими давлениями см. Craig L. E., Dew J. E., Ind. Eng. Chem., **51**, № 10, 1249 (1959); РЖХим, **1960**, № 13, 152, реф. 51782.

Техника высоких давлений в лаборатории см. Todtenhaup T. D., Brennst. Chem., **46**, № 8, W94 (1965); РЖХим, **1965**, 5Д38.

Глава 24

РАБОТА С ВЕЩЕСТВАМИ ВЫСОКОЙ СТЕПЕНИ ЧИСТОТЫ

При работе, как препаративной, так и аналитической, с веществами высокой степени чистоты возникает ряд трудностей, связанных с возможностью загрязнения чистого вещества.

Чистое вещество может оказаться загрязненным материалом, из которого сделана применяемая посуда или аппаратура, вследствие негерметичности аппаратов и систем, при измельчении и от небрежности или невнимательности работающего, примесями, которые могут оказаться в воздухе, например медью в тех местах, где имеются открытые медные провода, и др. К работе с веществами высокой степени чистоты следует допускать только тех, кто имеет соответствующую подготовку и опыт. Важно, чтобы работающий с такими веществами точно соблюдал все инструкции и условия, необходимые для каждого конкретного случая.

Посуда и аппараты, применяемые при работе с веществами высокой чистоты, должны быть химически стойкие, не подвергаться выщелачиванию. Лабораторная посуда из стекла обычных сортов для этой цели непригодна, так как такое стекло выщелачивается и химически нестойко или недостаточно стойко, особенно при работах, связанных с нагреванием.

Наиболее пригодными являются изделия из кварца (см. стр. 139), допускающие нагревание их до высокой температуры, и из некоторых пластмасс, отличающихся высокой химической стойкостью по отношению к большинству химически агрессивных веществ. Но и при использовании кварца имеется опасность загрязнения золотом, в ничтожнейших количествах всегда сопровождающим кварц. Иногда рекомендуют платину, однако хотя ее относят к химически стойким веществам, все же она чувствительна ко многим реагентам и может загрязнять чистое вещество.

Недостатком пластмассовой посуды является только то, что она недостаточно термостойка и не допускает прямого обогрева. Поэтому для нагревания жидкостей, находящихся в посуде или в аппаратуре из пластмасс, необходимо применять специальные устройства для обогревания при помощи электричества.

Как правило, *все работы с веществами высокой степени чистоты следует проводить преимущественно в замкнутых системах.*

Для проведения работы в условиях, исключающих влияние воздуха, а также попадания в реакционную массу пыли, рекомендуется применять герметизированную, лучше всего — кварцевую, аппаратуру. Аппараты или приборы обычно заполняют инертным газом, например аргоном. Инертный газ перед поступлением в систему следует предварительно очищать промыванием, высушивать, фильтровать от механических примесей. Следует помнить, что понятие «инертный газ» — относительное и, например, такой инертный газ, как азот, при определенных условиях, особенно при высокой температуре, может вступать в реакцию с некоторыми металлами, образуя нитриды.

При обращении с твердыми веществами высокой чистоты следует помнить, что их загрязнить очень легко. *Вещества высокой степени чистоты нельзя брать голыми руками.* Нужно пользоваться пинцетом, кончики которого защищены пластмассой (плексиглас, полиэтилен или тефлон).

Все операции нужно проводить в боксах, защищающих от воздействия внешней атмосферы; рекомендуется также использовать вакуум.

Шпатели, ложки и совочки для отбирания твердых веществ высокой чистоты должны быть изготовлены из пластмасс, но не из металла. Для создания герметичности аппаратуры следует применять соответствующие прокладки, лучше всего из тефлона (фторопласта) в виде пленки или пластин.

Механические загрязнения могут происходить в результате трения твердого вещества о стенки при измельчении веществ высокой чистоты и встряхивании.

Чтобы избежать загрязнений при измельчении, твердое вещество помещают в небольшой пакет из фторопласта или полиэтилена или между двумя пластинками из этих же материалов и сильно ударяют один раз молотком, но так, чтобы пленка или пластинка не прорвалась. Затем заменяют пластинки новыми и снова ударяют молотком. Эту операцию повторяют несколько раз. Для перенесения измельчаемого вещества на свежую пленку снимают верхнее покрытие и заменяют его новым. Затем, подведя под нижнюю пленку какую-либо твердую пластину (например, из картона) и накрыв верхнюю пленку такой же пластиной, переворачивают все так, чтобы верхняя пластина оказалась внизу. После этого снимают картон и заменяют старую пленку или пластину из фторопласта новой. Для того чтобы измельчаемое вещество не высыпалось, края пластинок скрепляют или загибают.

Измельчение или диспергирование твердых веществ хорошо удается под действием ультразвука, что можно использовать в очень многих случаях работы с веществами высокой степени чистоты. Для использования ультразвука в целях измельчения твердых веществ применяют специальные установки.

Загрязнения в результате трения твердого вещества о стенки сосуда при встряхивании могут быть уменьшены, если внутреннюю поверхность сосуда покрыть полиэтиленом или фторопластом, обладающими достаточной эластичностью и не истирающимися. Наиболее удобно пользоваться сосудами из материала, твердость которого превышает твердость встряхиваемого вещества.

Такие процессы, как выпаривание, следует проводить в герметизированной аппаратуре.

Помещение, в котором проводятся работы с веществами высокой степени чистоты, следует содержать очень аккуратно. Недопустимы пылящие полы, стены и потолки. Они обязательно должны быть покрыты такими материалами, которые не крошатся и которые можно протирать влажными тряпками. В помещении обязательно должна быть приточная вентиляция. Воздух, подаваемый в помещение, предварительно очищают от пыли. В помещении должно быть избыточное давление до 50 *см вод. ст.*

Для работы с веществами высокой степени чистоты можно применять ящики, рекомендованные для работы с вредными веществами (см. стр. 615).

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О выпаривании в герметизированной аппаратуре см. Chem. Ing. Techn., **30**, № 3, 347 (1958).

Об использовании процессов кристаллизации для получения ультрачистых веществ см. Петров Д. А., Копачев Б. Л., ЖФХ, **30**, вып. 10, 2340 (1956).

О хранении воды высокой чистоты см. Dleck R. R., РЖХим, **1959**, № 4, 269, реф. 12107.

Об устранении загрязнений при получении и анализе неорганических веществ высокой степени чистоты см. Vanghan M. F., РЖХим, **1958**, № 23, 193, реф. 77433.

О технике работы с влаго- и воздухочувствительными веществами см. Günter T., Chem. Ztg. Chem. Apparat., **85**, № 16, 567 (1961); РЖХим, **1962**, реф. 5Е119.

Об определении микропримесей в неорганических материалах см. Бабко А. К., ЖАХ, **29**, № 5, 518 (1963).

К вопросу о получении веществ высокой чистоты см. Новоселова А. В., Ж. неорг. хим., **7**, № 5, 960 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 23В2.

Проблемы анализа чистых металлов см. Недлер В. В., Аракелян Н. А., Зав. лаб., **28**, № 6, 672 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 4Г5.

Об основных проблемах анализа веществ высокой чистоты см. Яковлев Ю. В., Зав. лаб., 28, № 6, 643 (1962); РЖХим, **1963**, реф. 4Г6.

Методы анализа веществ особой чистоты и монокристаллов, вып. 1, отв. ред. Л. П. Адамович, Харьков, 1962.

Техника высокотемпературных исследований (металлов и окислов) без внесения загрязнений см. Trombe F., Pure and Appl. Chem., **5**, № 3—4, 591 (1962); РЖХим, **1964**, 12Б463.

О выявлении и устранении загрязнений при анализе особо чистых веществ см. Василевская Л. С., Муравенко В. Н., Кондрашина А. И., ЖАХ, **20**, № 5, 540 (1965); РЖХим, **1965**, 21Г130.

Методы анализа веществ высокой чистоты, АН СССР, Ин-т геохимии и аналитической химии, Изд. «Наука», 1965.

Условия работы с высокочистыми веществами описала Василевская Л. С., в сб. «Методы анализа веществ высокой чистоты», Изд. «Наука», 1965, стр. 16; РЖХим, **1966**, 12Г156.

О приготовлении сверхчистых веществ см. Günzler G., Chem. Schule, **12**, № 5, 186 (1965); РЖХим, **1966**, 19А41.

Глава 25

ЭЛЕМЕНТАРНЫЕ СВЕДЕНИЯ ПО ОБРАЩЕНИЮ СО СТЕКЛОМ

Предварительные замечания. В лабораторной практике очень часто приходится проводить простейшие стеклодувные операции: резать стеклянные трубки и палки, оплавлять и спаивать их, вытягивать капилляры и т. д.

Простейшими инструментами при работе со стеклом являются: нож для резки стекла, паяльная горелка, мех

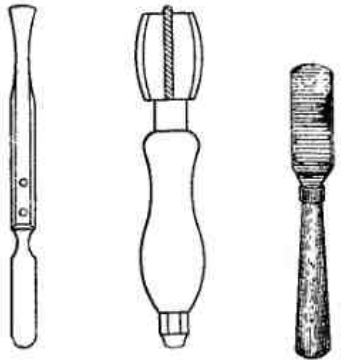


Рис. 512. Ножи для резки стекла.

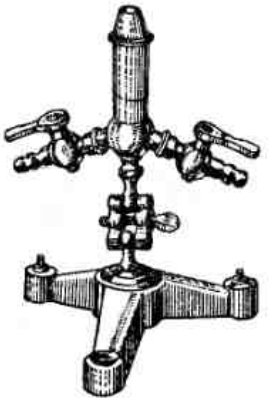


Рис. 513. Паяльная горелка.

(если нет общей линии сжатого воздуха) и насадки для горелок Теклю и Бунзена.

Нож для резки стекла (рис. 512) имеет лопатообразную форму; он сделан из твердой стали. Так как с течением времени нож тупится, его следует иногда точить*.

* При отсутствии специального ножа можно пользоваться напильником.

Паяльная горелка (рис. 513) отличается от обычной тем, что в ней имеется отдельный подвод воздуха и, кроме того, ее можно поворачивать во все стороны.

Регулируя подачу газа и воздуха, можно получить пламя различной длины и температуры. Уменьшая поступление газа и увеличивая поступление воздуха, можно получить очень тонкий язычок пламени. При зажигании паяльной горелки прежде всего открывают газовый



Рис. 514. Мех стеклодувный, ножной.

кран, зажигают газ и уже только после этого включают воздух.

Стеклодувные мехи бывают нескольких типов. Вместо ножных мехов (рис. 514) в настоящее время широко применяют электрические воздуходувки. В качестве воздуходувки можно использовать обычный вакуум-насос. На выхлопную трубку последнего надевают резиновый шланг, соединенный с уравнительной склянкой. Для очистки воздуха от масла, захватываемого из вакуум-насоса, перед уравнительной склянкой следует поставить фильтр, лучше из стеклянного волокна или волокнистого асбеста, который нужно менять по мере загрязнения его маслом.

Очень часто струю воздуха получают из баллонов со сжатым воздухом, что представляет большое удобство.

Резка трубок и палок. Чтобы отрезать кусок трубки или палки определенной длины, на ней делают отметку в соответствующем месте. Затем, взяв трубку в левую руку, зажимают ее между указательным и большим пальцем и ножом для резки стекла делают надрез, предварительно

смочив место надреза водой*. После этого, держа трубку обеими руками так, чтобы надрез приходился между ними, слегка сгибают трубку со стороны, противоположной надрезу, и одновременно слегка растягивают. На месте надреза трубка или палка обламывается довольно ровно.

После того как трубка или палка отрезаны, концы их следует оплавить, чтобы сгладить острые края. Для оплавления концов трубку или палку вращают в несветящемся пламени паяльной горелки.

Таким путем удается разрезать трубки диаметром до 10—12 *мм*, но резать более толстые трубки или отрезать небольшие куски трудно; в этих случаях к царапине, нанесенной на трубке ножом для резки стекла, прижимают разогретый докрасна конец стеклянной палочки (диаметр 2—3 *мм*). Если трещина не образуется тотчас же, накаленную палочку отнимают и дуют на место надреза. Образование трещины объясняется быстрым охлаждением.

Для разрезания трубок большого диаметра делают царапину по окружности вокруг трубки, затем накаленной докрасна железной проволокой, согнутой в виде небольшой полуокружности, обводят трубку вдоль по царапине. При этом почти всегда образуется глубокая трещина в месте царапины, и трубку уже легко сломать.

Если для резки стекла пользуются напильником, то никогда не нужно пилить трубку, как это часто делают неопытные работники, достаточно сделать только царапину и затем ломать трубку, как указано выше. В противном случае обычно получаются ломаные края.

Для нанесения царапины на трубках или палках диаметром около 10 *мм* вместо ножей (см. рис. 512) рекомендуется применять также специальное устройство (рис. 515), имеющее на одном плече круглый нож.

Оттягивание трубок. Если требуется оттянуть трубку или же вытянуть ее в капилляр, то трубку вносят в пламя паяльной горелки и при постоянном вращении нагревают до тех пор, пока она не размягчится. Если нужно получить капилляр, то нагретую до размягчения трубку вынимают

* Вместо воды надрез на стекле лучше смочить водным раствором какого-либо поверхностно-активного вещества, например мыла или синтетического моющего вещества. При этом стекло более легко обламывается и получаются гладкие края излома. Так можно поступать и при нарезании листового стекла.

из пламени и быстро растягивают обеими руками. Таким путем можно при известном опыте получать капилляры нужного диаметра.

Когда оттягивают конец трубки, то к этому концу сначала припаивают какую-либо другую трубку и нагревают ту часть, которую нужно оттянуть. Припаянная трубка служит только для того, чтобы можно было держаться за нее. Ненужный конец трубки осторожно отламывают описанным выше способом.

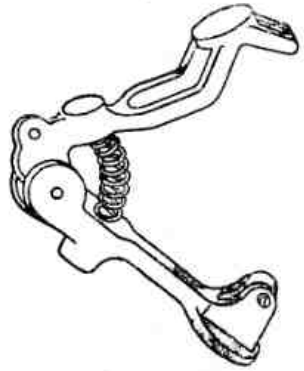


Рис. 515. Приспособление для резки.

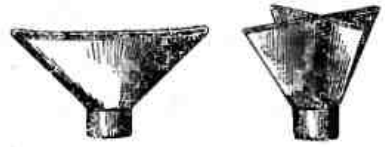


Рис. 516. Насадки на газовую горелку.

Запаивание трубок. Оттягивают конец трубки, отламывают полученный капилляр ближе к тому концу, который должен быть заплавлен, и, вновь нагревая капилляр, запаивают трубку. Чтобы избежать утолщения и загруглить конец, в трубку следует осторожно вдувать воздух. Воздух вдувают, вынув трубку из пламени.

Сгибание трубок. Трубку не слишком сильно размягчают на пламени горелки и при сгибании несколько больше нагревают выпуклую сторону. Сгибаемые трубки лучше всего нагревать на обычной лабораторной горелке, на которую надевают так называемый «ласточкин хвост» или же другую насадку, образующую широкое пламя (рис. 516).

Трубку, вращая вокруг оси, нагревают по всей ширине пламени и при достижении известного размягчения загибают сверху (рис. 517). Если сгибать сильно размягченную трубку, то в месте сгиба образуется складка, ко-

торая может послужить причиной поломки трубки. Складка образуется и в том случае, когда одну сторону трубки нагревали значительно сильнее другой. В особенности часто такие неудачные сгибы получаются на тонкостенных трубках. Чтобы избежать неровностей, нужно перед нагреванием заткнуть один конец трубки (например, асбестом) и при сгибании вдувать не слишком сильно воздух в трубку

Особое внимание нужно обращать на охлаждение готовых изделий. Класть горячую трубку или другой предмет на холодную поверхность, в особенности на стекло, нельзя. Горячий предмет нужно прежде всего заполтить в светящемся пламени горелки и положить на асбестовый лист. Нужно также защищать горячий предмет от сквозного ветра, так как при быстром охлаждении в стекле создаются неравномерные напряжения, приводящие к образованию трещин.

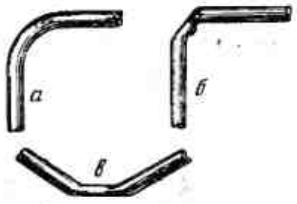


Рис. 517. Сгибание стеклянных трубок:
а — правильно согнутая;
б, в — неправильно согнутые.

Шлифовка стекла. Когда пластинку из стекла нужно сделать матовой, на одну сторону ее приклеивают деревянный брусок, который будет служить рукояткой; затем, взявшись возможно ниже за этот брусочек, осторожно водят стеклом по наждачному камню.

Хорошие результаты получают также, когда на одно стекло наносят кашицу из наждака и воды и по этому стеклу трут (вращательное движение) другим стеклом с брусочком. Оба стекла получаются матовыми.

Для более легкой матировки вместо наждака применяют полировочный крокус.

На матовой стеклянной пластинке можно отполировать шлифованный металл, не применяя даже наждака.

Шлифовать стекло при помощи абразивов (карбид бора № 22, электрокорунд М7-М10 и наждак № 000) можно также, применяя ультразвук. При этом образуется очень чистая поверхность.

Сверление стекла. Отверстия на стекле можно просверлить остро заточенным напильником или сверлом, закаленным очень твердо. Перед сверлением напильник

или сверло смачивают раствором камфоры в скипидаре или же одним скипидаром.

Предложен также еще очень простой способ сверления круглых отверстий в стекле при помощи ручной дрели. В качестве сверла применяют тонкостенную медную трубку с затупленным концом, которую зажимают в патрон ручной дрели. Медную трубку берут такого диаметра, какой должно иметь отверстие.

Стекло, в котором нужно просверлить отверстие, укладывают на ровную поверхность, на стекло кладут шаблон, представляющий собой кусок фанеры с отверстиями нужного диаметра. Этот шаблон прочно скрепляют со стеклом в нескольких местах так, чтобы во время сверления не происходило смещение шаблона. В отверстие шаблона насыпают карборундовую пыль, добавляют столько воды, чтобы образовалась густая кашица, и, установив дрель с медной трубкой, начинают сверление. В процессе сверления подсыпают карборундовую пыль и при необходимости добавляют воду.

Кроме того, при сверлении напильником или твердо закаленным сверлом для облегчения работы применяют специальные смазки. Сверло смазывают такой смазкой или же ее помещают на то место, где нужно сверлить. Ниже приводятся прописи для изготовления некоторых из таких смазок.

Смазка 1. Смешивают:

Скипидара	120 *г*
Щавелевокислого натрия . . .	60 *г*
Сока размятого чеснока	5 капель

и настаивают в течение 8 дней, иногда встряхивая.

Смазка 2. Смешивают (в частях):

Камфоры	10
Бензина	100
Оливкового масла	30

Смазка 3. Смешивают (в частях) и настаивают, иногда перемешивая:

Скипидара	100
Камфоры	25

Травление стекла. Для травления стекла обычно применяют концентрированный водный раствор фтористово-

дородной кислоты, который хранят только в резиновом, парафиновом или полиэтиленовом сосуде.

Подогретое стекло вначале покрывают слоем защитной массы, которую лучше всего готовить по рецепту Фрика (в частях):

Белого воска	4
Мастики	2
Асфальта	1
Скипидара	1

Массу в течение получаса держат в расплавленном состоянии, причем все загрязнения оседают на дно. Расплавленную массу (верхний слой) выливают в воду, и, когда масса застынет, ей придают форму круглого комка, обвернув его шелковой тряпочкой. Чтобы получить защитный слой на стекле, этим комком проводят по разогретому стеклу. Масса проходит через шелк на стекло. Для защиты стекла достаточно очень тонкого слоя массы. В этом слое делают нужную надпись или рисунок и на это место гусиным пером или щеточкой наносят раствор фтористоводородной кислоты. Через несколько минут стекло обмывают в проточной воде и защитный слой удаляют при нагревании.

Для того чтобы протравленное место было заметнее, в него втирают черную масляную или другую краску.

Травление можно проводить также и газообразным фтористым водородом, который образуется при действии концентрированной H_2SO_4 на плавиковый шпат или другую соль фтористоводородной кислоты.

В этом случае в качестве посуды берут свинцовую ванночку.

При травлении раствором фтористоводородной кислоты протравленное место остается прозрачным, при употреблении же газообразного HF делается матовым. *Травление с помощью* HF *нужно всегда проводить в вытяжном шкафу.*

Кроме описанной выше замазки, можно применять массу, получающуюся при сплавлении воска, парафина и пицеина.

Притирка пробок и кранов. Иногда бывает нужно притереть кран, или пробку, или шлифы аппарата. Необходимость в этом возникает, когда краны, пришлифованные пробки или шлифы начинают «пропускать», т. е. между пробкой и стенкой или пришлифованными поверхностями появляются зазоры, через которые проходят жидкости или газы. При притирке пробки или крана обе притирающиеся части очищают от возможных загрязнений, смачивают водой и покрывают очень тонким наждаком; ни в коем случае нельзя употреблять грубый наждак, так как он может сделать на стекле глубокие царапины, избавиться от которых невозможно.

Пробку с нанесенным слоем тонкого наждака вставляют в горло склянки или колбы, которые держат в левой руке, а правой быстро вращают пробку то в одну, то в другую сторону, совершая при этом спиралеобразные движения, как бы ввинчивая пробку, вынимая и снова вставляя ее. Только когда притирка заканчивается, можно просто поворачивать пробку, однако не надавливать на нее. Приостанавливая притирку, нельзя оставлять пробку в горле.

Вместо воды можно применять керосин или скипидар. Вместо же наждака при тонких работах применяют крокус, окись цинка или тонко размолотую окись алюминия.

Ручная притирка — операция очень утомительная, так как притирать приходится очень долго, совершая не один десяток или даже не одну сотню движений. Поэтому в стеклодувных мастерских применяют станок, облегчающий притирку.

Хорошо притертый шлиф почти прозрачен. Пробка, вставленная в горло колбы, при хорошем шлифе даже без смазки прекрасно держится.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Об обработке стекла ультразвуком см. Сборник научных работ Белорусского политехн. ин-та, вып. 55, Минск, 1956, стр. 12.

О стеклодувном деле см. Веселовский С. Ф., Стеклодувное дело, Изд. АН СССР, 1952.

Голь М. М., Руководство по основам стеклодувного дела, Изд. «Химия», 1967.

Об электростеклорезе для трубок и цилиндрических сосудов см. Черняк И. А., Химия в школе, № 4, 67 (1962); РЖХим, 1962, реф. 24А48.

Глава 26

НЕКОТОРЫЕ ПОЛЕЗНЫЕ РЕЦЕПТЫ

ЗАМАЗКИ

В лаборатории довольно часто приходится самому собирать аппараты или приборы, причем бывает нужно соединять стекло со стеклом, с металлом и т. д. В этих случаях применяют разного рода замазки. Ниже приводятся рецепты некоторых из них.

Менделеевская замазка. Эта замазка является самой распространенной; ею удается скреплять стекло со стеклом, стекло с металлом и т. д. Замазку готовят по следующим рецептам (в частях):

а)	Канифоли	100	
	Воска желтого	25	
	Мумии	40	
	Льняной олифы	0,1—1	
б)	Канифоли	30	
	Воска желтого	8	
	Мумии	10	
	Льняного масла	1	

Чистый воск расплавляют в металлической чашке, образующуюся пену снимают, а если появляется осадок, то воск переливают в другую чашку. Нагревание нужно вести на слабом огне. К расплавленному воску постепенно, при постоянном помешивании, добавляют понемногу канифоль в виде порошка и смесь нагревают при температуре 150—200 °С до тех пор, пока не исчезнет запах скипидара. Тогда к смеси добавляют просеянную и прокаленную, еще теплую мумию. Нагревание продолжают до полного смешения мумии*. Если нужно иметь более мягкую замазку, добавляют дополнительное количество льняной олифы или масла. Расплавленную замазку переливают в формы (например, в небольшие фотографические кюветы), в которых она застывает в виде плиток.

Перед употреблением замазку расплавляют.

* Вместо мумии можно применять пемзу.

Сургуч. Для приготовления берут (в частях):

Канифоли	20
Сосновой смолы	10
Жидкого терпентина	5
Мела	8
Тяжелого шпата	12
Мумии	8—10

Вначале расплавляют терпентин и сосновую смолу, затем в смесь вносятся канифоль и после их расплавления — остальные составные части.

Лабораторный воск готовят смешиванием (в частях):

Воска	95
Скипидара	5

Эта замазка размягчается уже при нагревании в руке.

Водоупорная замазка. Тонко просеянную гашеную известь смешивают с рыбьим жиром до получения тестообразной массы нужной консистенции. В этом виде ее и применяют. Через сутки замазка сильно затвердевает.

Кислото- и щелочеупорная замазка. Для приготовления этой замазки смешивают (в частях):

Сернокислого бария	1
Асбестовой муки	2
Растворимого стекла (плотность 1,55 *г/см*³)	2

Замазка почти не разрушается кислотами и щелочами.

Замазка, не поддающаяся действию воды, кислот и щелочей, нерастворимая в большинстве органических растворителей. Такую замазку готовят из глета и глицерина.

Хорошо промытый свинцовый глет смешивают с глицерином в однородную густую массу. Глицерин можно брать технический желтого цвета, при условии, чтобы он содержал мало воды, т. е. был бы достаточно вязким. Количество глицерина и глета, необходимое для приготовления замазки, зависит от вязкости глицерина. В среднем нужно брать на 1 часть глицерина 10 частей глета.

Места, подлежащие склеиванию, предварительно нужно смазать глицерином, после чего накладывать замазку.

Замазка очень быстро становится чрезвычайно твердой. Глет нужно предварительно прокалить при 300 °С. Замазка выдерживает нагревание до 270 °С.

Склеивание хлористым серебром. В фарфоровом тигле расплавляют хлористое серебро и нагретой обязательно кварцевой палочкой наносят его на предварительно нагретое склеиваемое место. Эта замазка особенно пригодна для склеивания стекла с кварцем. Замазка плавится при 455 °С.

Быстрозатвердевающая замазка. Смешивают 60%-ный раствор хлористого цинка с тонкоизмельченной, свободной от углекислых солей окисью цинка. Продажную окись цинка замешивают в кашицу с 2%-ной азотной кислотой, высушивают и прокаливают докрасна в тигле. После этого замазку размельчают и до употребления хранят без доступа воздуха.

Эта замазка затвердевает очень быстро, не долее чем через 1 *мин*, и по твердости превосходит все остальные замазки.

Подобного же рода замазку можно приготовить и несколько иначе. Смешивают 1 часть тончайшего стеклянного порошка с 3 частями прокаленной (свободной от CO_2) окиси цинка. Эту смесь хранят в герметически закрывающейся склянке с притертой или резиновой пробкой. Отдельно растворяют 1 часть буры в возможно малом количестве воды и смешивают с раствором хлористого цинка. Раствор хранят отдельно.

Чтобы приготовить быстро затвердевающую замазку, сухую смесь стеклянного порошка с окисью цинка смешивают с раствором буры и хлористого цинка до консистенции теста и быстро наносят замазку на нужное место. Затвердевание замазки происходит очень быстро. Такую замазку можно приготовить, смешав тонко измельченную окись магния или цинка с 60%-ным раствором хлористого магния или хлористого цинка до консистенции теста.

Силикатная быстросхватывающая замазка. Смешивают (в частях):

Растворимого стекла (плотность 1,25 *г/см*³)	6
Глицерина	1

Затем последовательно добавляют (в частях), хорошо перемешивая:

Сурика	3
Просеянной золы	10

Замазку употребляют тотчас же после приготовления.

Растворимое стекло также можно применять во многих случаях в качестве замазки, особенно если его смешать с асбестом или любым другим волокнистым материалом.

Гипс. Хорошей замазкой может служить гипс, предварительно прокаленный и замешанный с водным (1—3%-ным) раствором желатина.

Замазка для треснувших склянок с кислотами. Смешивают мельчайший песок, коротковолокнистый асбест, магнезию и концентрированное жидкое стекло до образования густой тестообразной массы, которую применяют для замазывания трещин.

Цемент для фарфора и керамики. Хорошо перемешивают (в частях):

Двуокиси марганца, размельченной в тонкий порошок	1
Окиси цинка	1
Растворимого стекла (плотность 1,26*г/см*³)	1,5

Количество растворимого стекла можно изменять с тем, чтобы получить замазку более жидкой или более вязкой консистенции.

Склеивание стекла при помощи глипталя. Для склеивания стекол пользуются или расплавленным глипталем или его ацетоновым раствором. Место, подлежащее склейке, следует нагреть (не выше 200 °С) и провести по нему кусочком глипталя. Стекла соединяют еще горячими и кладут под небольшой груз в сушильный шкаф, где выдерживают при 180—200 °С в течение 5—6 *ч*. При этом глипталь делается устойчивым к воде, кислотам, щелочам и нерастворимым в большей части органических растворителей.

Для изготовления глипталя на плитке или горелке нагревают в фарфоровой чашке 29 частей глицерина и вносят 71 часть фталевого ангидрида. Продолжают нагревать при слабом кипении смеси до полного растворения фталевого ангидрида. Через 30 *мин* берут стеклянной палочкой пробу и каплю ее помещают на стекло. Если остывшая проба будет липнуть к пальцу, нагревание продолжают до тех пор, пока очередная проба не окажется стекловидной и не будет липнуть к рукам, тогда нагревание прекращают. Расплавленный глипталь выливают в металлическую формочку или желобок, где он и застывает. Перегревать его не следует, так как после длительного

нагревания он делается нерастворимым и неплавким.

Сплав, который хорошо держится на стекле и может быть применен для склейки стекол. Сплавляют (в частях):

Висмута	40
Свинца	26
Олова	10
Кадмия	10

Серу применяют в качестве замазки. Прибавление к сере порошка слюды в пропорции 5 : 1 значительно повышает ее механическую прочность и мало изменяет ее изоляционные свойства. Перед применением смесь расплавляют.

НАДПИСИ

В лаборатории часто приходится делать надписи по стеклу и фарфору, причем в некоторых случаях требуется, чтобы эти надписи были огнестойкими. Для этой цели применяют различные карандаши и краски, рецепты приготовления которых приводятся ниже.

Карандаши для стекла. Когда на стекле нужно сделать какую-либо надпись, следует применять карандаши для стекла.

Черный карандаш можно готовить по следующим рецептам (в частях):

а)		б)	
Воска пчелиного	20	Воска пчелиного	40
Спермацета	40	Сала	10
Сала	30	Сажи ламповой	10
Сажи ламповой	60		

Вначале расплавляют воск, спермацет и сало. В расплавленную массу постепенно при помешивании добавляют ламповую сажу, не содержащую твердых частиц (песка, угля и т. д.).

Предварительно готовят из бумаги трубочки. Для этого вокруг круглого карандаша или стеклянной палки обматывают два слоя бумаги, заклеивают ее и карандаш или стеклянную палку вынимают. Один конец бумажной трубки закрывают. Установив трубку вертикально, в нее наливают горячую массу и дают ей остыть. Бумагу обрывают по мере израсходования карандаша.

Вместо бумажной трубки можно применять металлическую, но в этом случае стенки трубки нужно протереть тальком, а после застывания массы слегка нагреть трубку, чтобы карандаш выпал. В качестве форм удобны сверла для пробок. Иногда дают массе затвердеть, налив ее в плоскую кювету, а затем режут на бруски нужного размера.

Белый карандаш. Сплавляют при нагревании (в частях):

Воска пчелиного	20
Сала	30
Окиси цинка	50

Красный карандаш. Сплавляют при нагревании (в частях):

Воска пчелиного	25	Сала	15
Спермацета	100	Сурика	10

Голубой карандаш можно готовить по следующим рецептам (в частях):

а)		б)	
Воска пчелиного	20	Воска пчелиного	20
Сала	10	Спермацета	40
Берлинской лазури	10	Сала	30
		Берлинской лазури	60

Краска для надписи на бутылях. Смешивают (в частях):

Растворимого стекла (плотность 1,26 *г/см*³)	12
Дистиллированной воды	15—18
Отмученной белой глины или сернокислого бария	10
Кремневой кислоты	1

Кремневая кислота может быть получена путем обработки растворимого стекла соляной кислотой; ее хорошо промывают, высушивают и размельчают.

Для получения цветных красок добавляют ультрамарин, сажу, сурик, охру и т. д.

Такая краска хорошо держится на стекле и не смывается водой, органическими растворителями, большинством кислот и щелочей.

Огнестойкая надпись на фарфоровых тиглях. Существует много различных красок и чернил, которые могут быть использованы для метки тиглей. Так, можно взять (в частях):

Двуокиси марганца	10
Окиси цинка	10
Буры	1

Все это хорошо перемешивают и затем замешивают с растворимым стеклом (плотность 1,26 *г/см*³) до такой консистенции, чтобы было удобно палочкой наносить на тигель. Краска сохнет медленно.

Можно также применять концентрированный раствор хлорного железа или другой соли железа. Этими чернилами пишут на неглазурованной части фарфорового тигля или по глазурованной, но очень тонкими линиями, и затем его прокаливают.

ОБРАБОТКА ЛАБОРАТОРНОГО СТОЛА

Покрытие для стола. Дерево легко разрушается под действием кислот и щелочей. Для предохранения крышек столов их пропитывают морилкой из дубовой коры или раствором таннина, затем раствором хлорного железа или железного купороса (8—10%) и, наконец, когда стол подсохнет, его натирают три-четыре раза сырым льняным маслом. После такой обработки стол можно мыть мылом и на него не действуют ни щелочи, ни кислоты.

Паста для натирания лабораторных столов и линолеума. Деревянную поверхность лабораторного стола или линолеума полезно хотя бы раз в декаду покрывать следующей пастой (в частях):

Воска	10
Церезина	20
Скипидара	0,9
Бензина	70—80

Пасту наносят на дерево или линолеум тонким слоем кистью или тряпкой. После высыхания нанесенного слоя его растирают щеткой, применяемой для натирки полов.

ЛЕГКОПЛАВКИЕ СПЛАВЫ

а) Сплав Розе (темп. пл. ~94 °С)

Висмута	2 части
Свинца	1 часть
Олова	1 »

б) Сплав Вуда (темп. пл. 65,5 °С)

Кадмия	4,5 части
Свинца	10,3 »
Висмута	10,4 »
Олова	6 частей

МАЗИ

Вазелиновую мазь применяют для смазывания стеклянных пробок. Готовят сплавлением равных частей вазелина и парафина или церезина. После сплавления мазь отфильтровывают еще в горячем состоянии через чистую ткань.

СМАЗКИ ДЛЯ ШЛИФОВ

Для смазывания шлифов у кранов, бюреток и различных приборов можно применять специальные полужидкие и твердые смазки.

Полужидкие смазки. К ним относится вазелин, животные жиры, сплав натурального каучука с вазелином, смесь ланолина с воском, олеат алюминия и его смесь с пчелиным воском. Следует отметить, что плохие шлифы не могут быть сделаны герметичными при помощи полужидких смазок. Хорошие шлифы требуют лишь немного смазки.

Смазка для стеклянных и металлических шлифов, которыми приходится работать при очень низких температурах. Такая смазка состоит из (объемн. ч.):

Глицерина	3
н-Пропилового спирта	1

Эту смазку можно применять при температуре жидкого гелия.

Твердые смазки. При очень малых давлениях в аппаратуре, когда требуется большая герметичность, можно применять пицеин. Им натирают нагретую поверхность шлифа. Для разборки аппаратуры смазанные шлифы также необходимо нагреть.

Плохие шлифы можно сделать герметичными с помощью замазки Крейнига. Части шлифа осторожно нагревают, внутреннюю поверхность обмазывают куском замазки и быстро, без вращения, соединяют шлиф.

Для разборки шлиф снова нагревают, а остатки смазки смывают бензолом.

Смазка для шлифов. Сплавляют (в частях):

а) Вазелина	3	б) Белого воска*	1
Пчелиного воска	1	Канифоли	4

* Замазка Крейнига.

Смазка для кранов. Сплавляют (в частях):

Чистого вазелина	1
Безводного ланолина . .	1

Мазь для смазывания шлифов. На водяной бане сплавляют (в частях):

Вазелина	16
Чистого каучука	8
Парафина	1

Сплавленную массу переносят в широкогорлую склянку небольшой емкости (для мазей) или в стакан.

Замазка Рамзая для работ с вакуумом. Растворяют 10—30 *г* мелконарезанного сырого каучука при 110—120 °С в смеси 50 *г* вазелина и 10 *г* парафина. Замазка пригодна для работы как с обычным, так и с высоким вакуумом.

РАЗНОЕ

Обработка стекла полиорганосилоксанами. Чисто вымытую и обработанную соляной кислотой стеклянную поверхность опрыскивают эмульсией или раствором полиорганосилоксанов, после чего стекло высушивают в печи в течение приблизительно 1 *ч* при 300 °С или покрытое полиорганосилоксаном стекло подвергают кратковременному (30 *сек*) нагреванию в печи при 120 °С и затем оставляют на 3—4 дня для созревания.

Раствор полиорганосилоксанов должен быть 2—3%-ный, т. е. такой вязкости, чтобы при обмывании им стенок, например, бюретки на стекле оставался после высыхания тончайший слой полиорганосилоксана.

Для придания стеклянным сосудам гидрофобности тщательно очищенную поверхность их обрабатывают 3%-ным раствором метилхлорсилана (CH_3SiCl_3) в четыреххлористом углероде, после чего сосуды нагревают в течение часа при 120—130 °С. Полученная таким образом пленка устойчива к действию водных растворов солей, но мало устойчива по отношению к щелочным растворам.

Другой способ придания стеклу гидрофобности* заключается в следующем. Стеклянную посуду предварительно тщательно моют и высушивают, после чего окунают в 5—10%-ный раствор диметилдихлорсилана $(CH_3)_2SiCl_2$ в бензине. Этим раствором можно также и ополоснуть обрабатываемую посуду. Всю работу следует проводить в вытяжном шкафу. Стекло должно находиться в контакте с раствором диметилдихлорсилана около 1 *мин*. Затем обрабатываемое изделие необходимо на некоторое время оставить на воздухе до исчезновения запаха. Для повышения долговечности гидрофобного слоя стеклянную посуду нужно нагревать до 130—150 °С в течение 10—20 *мин*. Если такой обработке подвергалась мерная посуда, ее потом следует прокалибровать.

* Химия и жизнь, № 9, 90 (1967).

Применение кремнийорганических жидкостей (полиорганосилоксанов). К полиорганосилоксанам относятся: смазочное масло ОКБ-122 для приборов, работающих при температуре до —70 °С. Жидкость ВПС, которая очень удобна для гидросистем, и смазка № 6 — для пневмосистем. Жидкость ВКЖ применяется для высоковакуумных насосов. Цементирующая жидкость КПР пригодна для изготовления герметизирующих составов. Жидкости 1, 2, 3, 4, 5 используются в качестве смазочных масел, теплоносителей и смазок для прессформ.

Предупреждение брожения и гниения растворов белковых веществ. К растворам белковых веществ добавляют несколько капель хлороформа или толуола или их смесь (1 : 1). Хорошие результаты дает также добавка небольшого количества тимола.

Приготовление раствора крахмала*. Вначале готовят насыщенный раствор NaCl на холоду в дистиллированной воде и, если это необходимо, фильтруют его. К 500 *мл* этого раствора на холоду добавляют 100 *мл* 80%-ной уксусной кислоты и 3 *г* крахмала. Смесь кипятят до получения почти прозрачного раствора, затем добавляют 25 *мл* холодной воды. Раствор после охлаждения готов к употреблению. Раствор, приготовленный описанным способом, не портится в течение длительного времени, и при титровании точка эквивалентности получается более четкой.

Для придания устойчивости раствору крахмала, применяемого при иодометрическом титровании, в течение нескольких минут перемешивают 5 *г* крахмала в 30 *мл* холодного формамида, смешанного с 65 *мл* горячего формамида (100—110 °С). Полученный прозрачный раствор

* Holler A. C., Anal. Cem., **27**, № 5, 866; РЖХим, **1956**, № 3, 235, реф. 7036.

смешивается с водой и имеет не очень большую вязкость. Раствор может храниться в течение 9 месяцев без изменения.

В качестве растворителя крахмала вместо воды можно использовать* этиленгликоль или глицерин, при этом получаются более стабильные растворы. С раствором крахмала в этиленгликоле обесцвечивание синей окраски отмечается точнее, чем с глицерином. При иодометрическом титровании применяют 2,4%-ный раствор крахмала в этиленгликоле или 1,5—3%-ный раствор крахмала в глицерине. Растворять крахмал следует при нагревании на песочной бане при 180—190 °С.

Очистка раствора аммиака. Раствор аммиака, загрязненный двуокисью углерода, очищают перегонкой на установке, показанной на рис. 518. Работу следует проводить в вытяжном шкафу. В круглодонную колбу емкостью 1 *л* помещают 500 *мл* раствора аммиака. К нему осторожно добавляют кашицу из 10 *г* свежепогашенной окиси кальция и воды. Колбу соединяют с холодильником, верхний конец которого закрывают пробкой, снабженной хлоркальциевой трубкой, заполненной аскаритом или натронной известью. Раствор периодически помешивают и оставляют стоять не менее чем на 12 *ч* (лучше на ночь).

После отстаивания в колбу помещают несколько капилляров или кипелок и ставят ее на водяную баню. Пробку с хлоркальциевой трубкой вынимают, а холодильник соединяют с предохранительной склянкой, присоединенной к приемнику. В последний наливают около 400 *мл* дистиллированной воды, предварительно освобожденной от двуокиси углерода, и охлаждают холодной проточной водой или льдом. Аммиак отгоняют при умеренном нагревании и заканчивают, когда плотность раствора в приемнике достигнет 0,907 *г/мл* (25%-ная концентрация).

Растворы аммиака следует хранить в склянках с притертой пробкой, так как корковые и резиновые пробки разъедаются аммиаком. Для хранения раствора аммиака лучше всего пользоваться склянками из полиэтилена, так как растворы аммиака легко загрязняются кремнекислотой, выщелачиваемой из стеклянной посуды.

Растворы аммиака нельзя хранить вблизи действующих нагревательных приборов, так как в результате нагревания внутри сосудов может создаться такое давление паров аммиака, что склянку может разорвать.

* Мохов Л. А., Лаб. дело, № 12, 13 (1962); РЖХим, 1963, реф. 13Г7.

Приготовление реактива Фишера. Растворяют 84,7 *г* иода в смеси 269 *мл* абсолютного пиридина и 667 *мл* абсолютного метанола. Раствор охлаждают льдом и осторожно прибавляют 64 *г* жидкого сернистого ангидрида. Содержание воды в используемых метаноле и пиридине не должно превышать 0,1%.

Раствор имеет темно-коричневый цвет.

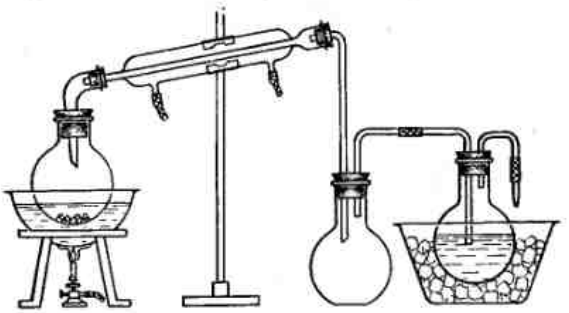


Рис. 518. Прибор для очистки аммиака.

Приготовление аскарита (натронного асбеста). К расплаву 20 *г* NaOH в большом серебряном тигле добавляют 5—6 капель воды и вносят в горячий плав 3 *г* продажного неочищенного асбеста, который моментально растворяется, окрашивая массу в серовато-бурый цвет. Полученную массу выливают на железный лист и после затвердевания тотчас же переносят для остывания в эксикатор. После охлаждения измельчают до величины просяного зерна и просеивают. Готовый препарат очень легко расплывается на воздухе и имеет зеленовато-серый цвет, переходящий при поглощении CO_2 в белый.

Аскарит при поглощении двуокиси углерода набухает, что может вызвать закупорку хлоркальциевой трубки. Аскарит удаляют из хлоркальциевой трубки растворением, но не механически (о растворении аскарита см. стр. 87).

Аскарит поглощает в 5—10 раз больше двуокси углерода, чем натронная известь.

Приготовление ангидрона, или безводного хлорнокислого магния (по Алимарину). К 30%-ному раствору хлорной кислоты понемногу добавляют химически чистую

окись магния до насыщения, т. е. до прекращения растворения ее. Избыток окиси магния отфильтровывают через пористый стеклянный фильтр № 2 в фарфоровую чашку, нейтрализуют фильтрат хлорной кислотой до слабокислой реакции по конго красному, после чего выпаривают раствор до начала кристаллизации на водяной бане. Когда будет заметно выпадение кристаллов, чашку охлаждают в холодной воде и выпавшие игольчатые кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, но без бумажного фильтра. Полученные кристаллы растворяют в горячей воде и снова перекристаллизовывают.

Маточные растворы снова выпаривают и получают еще некоторое количество соли.

Полученную соль $Mg(ClO_4)_2 \cdot 6H_2O$ нагревают в фарфоровой чашке на электроплитке. При 145—147 °С кристаллы плавятся. По мере испарения воды образуется пористая масса тригидрата $Mg(ClO_4)_2 \cdot 3H_2O$, которую в это время следует энергично перемешивать. Затем массу нагревают до плавления тригидрата (170—200 °С). При этой температуре и не выше 230 °С соль выдерживают около 2 *ч*. Затем соль охлаждают и измельчают до зерен диаметром 3—4 *мм*, после чего вносят в круглодонную колбу, соединенную с масляным вакуум-насосом, дающим разрежение до 0,1 *мм рт. ст.* Между колбой и насосом помещают сушильную колонку с $CaCl_2$. Включив насос, помещают колбу в сушильный шкаф и нагревают около 3 *ч* при температуре 170 °С, затем повышают температуру до 220—240 °С и продолжают высушивание еще 3 *ч*.

Препарат следует хранить в плотно закрытых склянках с притертыми стеклянными, но не с резиновыми или корковыми пробками, а еще лучше — в запаянных ампулах. Регенерацию $Mg(ClO_4)_2$ проводят, как описано выше.

В качестве поглотителя для воды можно применять и тригидрат. Регенерация его очень упрощается, так как нет необходимости сушить его под вакуумом.

Бескислотное получение сероводорода*. К 25 частям расплавленного парафина прибавляют 15 частей серного цвета, перемешивают до получения почти гомогенной массы, добавляют при перемешивании 7 частей кизельгура или другого подобного наполнителя и охлаждают до 30—40 °С и при этой температуре массу разравнивают

* Sul F., Angew, Chem., 68, № 24, 789 (1956); РЖХим, 1957, № 14, 236, реф. 48238.

слоем толщиной около 20 *мм*. Из этого слоя вырезают стержни диаметром около 6 *мм* (при помощи сверла для пробок). При комнатной температуре эти стержни тверды и хрупки. Для получения сероводорода стержни помещают в пробирку, снабженную пробкой с изогнутой стеклянной трубкой. При нагревании пробирки на пламени газовой горелки при температуре около 170 °С начинает выделяться почти чистый сероводород. При окончании нагревания выделение газа прекращается. Из стержня массой 0,5 *г* получают около 120 *мл* H_2S.

Хранение металлического калия и обращение с ним. Металлический калий хранят под слоем лигроина в склянке с притертой пробкой. Склянку закрывают сверху стеклянным колпаком. Обращение с металлическим калием требует большого внимания и осторожности. На столе у работающего должно находиться такое количество металлического калия, какое требуется на один день работы.

Поверхность металлического калия от пленки окиси очищают под слоем лигроина в плоскодонных фарфоровых чашках или кюветах размером приблизительно 30×40 *мм*. Кусочек металлического калия нужной величины обрезают скальпелем со всех сторон в виде кубика и перекладывают в кювету с чистым лигроином, к которому прибавлено 2—3 капли изоамилового спирта. Затем вытирают кубик двумя кусками фильтровальной бумаги, слегка отжимая между пальцами.

Скальпель и пинцет, которыми прикасались к металлическому калию, вытирают фильтровальной бумагой и ставят в пробирку с лигроином. Использованную фильтровальную бумагу немедленно кладут в воду. Остатки калия из кюветы смывают лигроином обратно в склянку с калием.

Приготовление тонко измельченного металлического натрия. Не менее 2 *г* металлического натрия аккуратно нарезают небольшими ломтиками и переносят в пробирку диаметром 20 *мм* и длиной 150 *мм*. В эту же пробирку наливают около 5 *мл* ксилола, закрывают пробкой с отводной трубкой и очень осторожно нагревают до начала кипения ксилола (140 °С). Нагревание прекращают, когда ксилол начнет конденсироваться на стенках пробирки на высоте 2,5 *см* над уровнем жидкости. Металлический натрий в это время должен расплавиться, хотя и сохраняет форму кусочков.

Пробирку закрывают пробкой без трубки и, пока натрий находится еще в жидком состоянии, содержимое ее несколько раз сильно встряхивают. Обычно бывает достаточно встряхнуть 5—6 раз, чтобы получить нужное дробление. Если встряхивание продолжать дальше, мелкие капли натрия могут вновь укрупниться.

Приготовление амальгамированного цинка. В стакан помещают 100 *г* измельченного металлического цинка (d = 0,5—0,8 *мм*) высокой чистоты, не содержащего железа и других элементов, способных окисляться и восстанавливаться, и около 15 *мин* обрабатывают 25%-ным раствором NaOH. Затем, слив щелочь, промывают цинк вначале водой, потом 2 н. раствором серной кислоты и снова водой. Тщательно промытый цинк тотчас помещают в коническую колбу, добавляют туда же 100 *мл* 2%-ного раствора хлорной ртути $HgCl_2$ и 5 *мл* 2 н. раствора H_2SO_4 и все это сильно взбалтывают в течение около 15 *мин*. Раствору дают отстояться и затем его сливают. Амальгамированный цинк промывают сначала 1%-ным раствором H_2SO_4, а затем водой, добиваясь полноты отмывки ионов хлора (проба с $AgNO_3$).

Амальгамированный цинк имеет серебристый блеск; он очень хрупкий, и кусочки его можно легко растереть пальцами в порошок. Амальгамированный цинк применяют для наполнения редуктора Джонса и для восстановления некоторых ионов, как Fe^{3+}, Cr^{3+}, Ti^{4+}, NbO_3^-, MoO_4^{2-}, WO_4^{2-}, VO_3^-, UO_2^{2+}.

Приготовление активной окиси алюминия. Техническую окись алюминия распределяют слоем не более 5 *см* в чашке из некорродирующего материала и нагревают на голом пламени при 400—450 °С, время от времени перемешивая. Активацию можно считать законченной, когда прекратится выделение паров воды, на что требуется обычно от 3 до 5 *ч*. Активированную окись алюминия еще горячей пересыпают в сосуд для хранения. Это необходимо для того, чтобы предотвратить поглощение воды из воздуха при охлаждении. При хранении в отсутствие влаги окись алюминия не теряет своей активности.

Большие количества окиси алюминия удобнее активировать в электрической печи. В этом случае активацию проводят без перемешивания при 400—450 °С в течение 5—6 *ч*.

ВОРОНЕНИЕ СТАЛЬНЫХ ТИГЛЕЙ

Перед воронением стальные тигли нужно тщательно очистить от ржавчины, обработав их 3 н. раствором соляной кислоты. Когда ржавчина растворится, тигли хорошо обмывают водой и вытирают фильтровальной бумагой. Сухие тигли протирают до блеска тонкой наждачной бумагой, после чего обмывают горячей водой. Очищенные тигли погружают на 10—12 *мин* в смесь, состоящую из 100 *мл* воды, 5 *мл* серной кислоты плотностью 1,84 *г/см*^{3} и 1 *мл* азотной кислоты плотности и 1,40 *г/см*^{3}. Затем тигли промывают водой, высушивают и прокаливают в муфельной печи при температуре 300—400 °С в течение 10 *мин*.

ВОССТАНОВЛЕНИЕ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И ИОДА ИЗ ЛАБОРАТОРНЫХ ОСТАТКОВ

Золото. Самый простой способ выделения золота из растворов $AuCl_3$ — это оставить раствор стоять на свету. При этом постепенно выделяется осадок металлического золота. Раствор должен быть нейтральным, так как кислые растворы сохраняются без изменения.

Если раствор соли золота влить в разбавленный раствор $FeSO_4$, содержащий HCl или H_2SO_4, золото выделяется в очень раздробленном виде.

Для использования фотографических или аналогичных остатков, содержащих золото, рекомендуется следующий способ.

В раствор добавляют Na_2CO_3 до щелочной реакции, после этого его смешивают со спиртовым раствором анилина и оставляют стоять на солнечном свету не менее чем на 8 *ч*. При этом золото полностью выпадает на дно.

Платина. Остатки, содержащие $K_2[PtCl_6]$ и спирт, выпаривают досуха, осадок растворяют в воде и полученный раствор вливают в раствор NaOH (d_4^{20} = 1,2), в который добавлено 8% глицерина. Смесь нагревают до кипения, при этом платина выпадает в виде черного порошка; его промывают сначала водой, затем HCl, потом снова водой и прокаливают.

Серебро. Приведем три способа восстановления серебра из лабораторных остатков.

1) Остатки подкисляют HCl, добавляют гранулированный цинк и кипятят. Восстановившееся серебро от-

деляют и промывают с применением декантации. Если желают получить очень чистое серебро, то восстановленное серебро растворяют в HNO_3, осаждают соляной кислотой в виде AgCl и последнее восстанавливают формалином.

2) Остатки выпаривают досуха и полученную массу кипятят с концентрированной HCl и $KClO_3$ (из расчета 1 *г* $KClO_3$ на 10 *г* остатка) до прекращения выделения хлора. В осадок выпадает AgCl, которое восстанавливают до свободного серебра.

3) Остатки металлического серебра (стружки и пр.) растворяют в HNO_3, в раствор добавляют HCl и AgCl выпадает в осадок. Полученный осадок промывают и затем заливают 10%-ным раствором HCl. В рыхлый осадок AgCl кладут несколько кусочков железа, причем они должны быть целиком покрыты раствором HCl. Когда AgCl полностью прореагирует, железо вынимают, сливают жидкость и промывают несколько раз чистой водой полученное порошкообразное серебро, затем его высушивают и при необходимости сплавляют.

Иод. Раствор, содержащий иод, подкисляют соляной кислотой и добавляют к нему порошкообразную медь, которую можно получить цементацией из раствора сернокислой меди, если в этот раствор положить кусочек железа. Раствор с добавленной металлической медью перемешивают мешалкой или встряхивают около 2 *ч*. После отстанвания осадка раствор сливают, осадок отфильтровывают и обрабатывают избытком 15%-ного раствора NaOH при нагревании. Такую обработку повторяют не менее двух раз. Щелочные растворы объединяют, подкисляют концентрированной HNO_3, добавляют $NaNO_2$, выделившийся иод отфильтровывают, высушивают и очищают возгонкой.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ИНДИКАТОРНЫХ БУМАГ

Для приготовления индикаторных бумаг в лаборатории удобнее всего применять фильтровальную бумагу, нарезанную полосками шириной около 5 *см*. Реже применяют другие сорта бумаги или вату.

Фенолфталеиновая бумага. Фильтровальную бумагу, нарезанную полосками, смачивают 1%-ным спиртовым раствором фенолфталеина и высушивают, после чего ее разрезают на полоски нужной ширины.

Лакмусовая бумага, синяя. Фильтровальную бумагу пропитывают 0,1%-ным или 1%-ным водным раствором азолитмина и высушивают в условиях полного отсутствия в воздухе паров кислот.

Лакмусовая бумага, красная. Раствор азолитмина вначале подкисляют уксусной кислотой и полученным красным раствором пропитывают фильтровальную бумагу. Или же синюю лакмусовую бумагу, еще влажную, проводят над слегка нагретым раствором уксусной кислоты до тех пор, пока бумага не приобретет красный цвет.

Куркуминовая бумага. Фильтровальную бумагу пропитывают 0,2%-ным раствором куркумина и высушивают.

Свинцовая бумага. Фильтровальную бумагу пропитывают 1%-ным раствором уксуснокислого свинца и высушивают на воздухе в таких условиях, чтобы было исключено действие сероводорода.

Бумага, пропитанная раствором бромной или хлорной ртути. Лист бумаги (полуватман) погружают в 3%-ный спиртовый раствор бромной ртути или хлорной ртути и высушивают на воздухе. Бумагу сушат в вертикальном положении. Когда она высохнет, нижнюю часть ее шириной в 3 *см* отрезают и выбрасывают. Бумагу, нарезанную на полоски, сохраняют в темных банках с хорошо притертой пробкой.

Свинцовая вата. Гигроскопическую вату пропитывают 1%-ным раствором уксуснокислого свинца, отжимают между двумя листами фильтровальной бумаги и хранят в банке с притертой пробкой.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

О применении кремнийорганических жидкостей см. Андрианов К. А., Романов В. М., Голубцов С. А., Хим. пром., № 3, 142 (1956).

О стабилизировании крахмального индикатора, употребляемого при иодометрических определениях, см. Yan J. W., Landingham, Limnol. a. Oceanogr., **5**, № 3, 343 (1960); РЖХим, **1961**, № 6, 130 (16), реф. 6Д8.

Об очистке металлических калия и натрия см. РЖХим, **1960**, № 12 (1), 158, реф. 46573.

О применении силиконов в лаборатории см. Simmler W., Glas- u. Instr.-Techn., **6**, № 4, 101, 104; № 6, 189 (1962); РЖХим, **1962**, реф. 24Е124; РЖХим, **1963**, реф. 2Д38.

Получение серы каталитической реакцией серы с органическими веществами см. Hofmann V., Findurova M., Přírod. vědy škole, **13**, № 3, 174 (1962).

О применении эпоксидных смол в лабораторной практике см. Lab. Equim. Digest., 2, № 8, 42 (1964); РЖХим, 1965, 7Д2.

О получении безводного бромистого водорода см. Sloan A. D. B., Chem. a. Ind., № 14, 574 (1964); РЖХим, 1965, 7В26.

Об очистке щелочей от микропримеси кальция с помощью окисленного угля см. Горбенко Ф. П., Тарковская И. А., Олевинский М. И., ЖПХ, 37, № 12, 2745 (1964); РЖХим, 1965, 9Г11.

О простом способе нанесения полиэтиленовых покрытий см. Anderson H. L., Jones F. R., Wood R. H., Chem. Educ., 41, № 12, 638 (1964); РЖХим, 1965, 23А37.

Простой экстракционный метод очистки иодистоводородной кислоты см. Tuck D. G., Walters R. M., Woolfhous E. J., Chem. a. Ind., № 32, 1352 (1963); РЖХим, 1964, 14В20.

Глава 27

О ПОЖАРАХ В ЛАБОРАТОРИИ

Нередко, при определенных работах, в лабораториях возникает опасность пожара. Разберем наиболее опасные в пожарном отношении работы.

Нагревание. Пожары при нагревании, прокаливании, высушивании и других работах могут произойти: 1) от неисправности нагревательных приборов (газовых горелок, электроприборов и т. п.); 2) от неисправности газопроводов и электрических проводов; 3) при несоблюдении мер предосторожности.

Нередко при работе с газом происходит проскок пламени (см. стр. 199). Если его не заметить вовремя, может загореться подводящая газ резиновая трубка и горящий газ вырвется наружу, а это может привести к возгоранию дерева, бумаги и прочих горючих материалов, находящихся около горелки.

В случае *неисправности примуса* или аналогичного нагревательного прибора *может произойти взрыв*, в результате которого возникнет пожар.

При проведении нагревания *под нагревательный прибор обязательно нужно класть толстый лист асбеста.* и стараться вести нагревание *не на деревянном тсеоле* Иногда рекомендуется подкладывать под нагревательный прибор лист железа. Конечно, во многих случаях это помогает, но, вообще говоря, это плохая мера предосторожности, так как если железный лист сильно нагреется, то дерево под ним начинает тлеть. Поэтому необходимо применять тепловую изоляцию из негорючего материала с низкой теплопроводностью. Наилучшей изоляцией, доступной в лаборатории, является асбест.

Если в химической лаборатории работать с высокими температурами приходится часто, лучше всего приспособить для таких работ отдельную комнату, оборудован-

ную соответствующим образом, или же выделить стол, совершенно безопасный в пожарном отношении (с крышкой из асбеста, цемента и т. п.).

Особой осторожности требует нагревание вещества, пары которых могут воспламеняться.

Внимательно нужно относиться к *масляным баням*; *при их перегреве возможно самовоспламенение масла*, что может служить причиной пожара.

Огнеопасные вещества. Очень часто пожары в химических лабораториях возникают в результате работы с огнеопасными веществами; к ним относится большое число органических растворителей и взрывчатые вещества.

Пары таких органических растворителей, как диэтиловый эфир, ацетон, бензол, бензин и другие, могут легко загореться, если при работе с этими веществами пользоваться горелками всех видов и электроплитками. Поэтому *все операции, связанные с нагреванием, следует проводить на предварительно нагретой водяной бане с потушенной горелкой*.

При работе с легкогорючими веществами нужно всегда иметь под рукой листовой асбест, песок, войлок и т. п.

Выше отмечалась опасность работы с этими веществами в сушильных шкафах и говорилось о существовании пределов взрывоопасных паро-воздушных смесей.

Работа со взрывчатыми веществами требует особых приемов и мер защиты, предупреждающих возникновение пожаров.

Огнеопасные вещества требуют осторожности не только при работе с ними, но и *при хранении* их на складах. По обращению с взрывчатыми и огнеопасными веществами имеются специальные инструкции, которых следует точно придерживаться.

Если бутыль или другой сосуд с огнеопасным веществом разобьется, то прежде чем собирать осколки, разлитую жидкость следует засыпать песком. После этого осторожно собирают осколки стекла и сгребают песок, пропитанный пролитой жидкостью, на деревянную лопатку или фанеру. Применять железную лопату нельзя, так как при этом возможно образование искры от трения по каменному, цементному или плиточному полу. Ввиду того что около жидкости всегда будет взрывоопасная концентрация паров, искра может вызвать их воспламенение. При сгребании веником или щеткой стеклянных осколков с

каменного пола может также возникнуть статический электрический заряд с образованием искры, что неизбежно приведет к взрыву и воспламенению огнеопасной жидкости разлитой на полу.

Как тушить пожар? Способ тушения пожара зависит как от причины, обусловившей его возникновение, так и от характера горящего объекта. Если в лаборатории возник пожар и есть угроза его распространения, то, пользуясь имеющимися под руками средствами тушения, одновременно нужно вызвать и местную пожарную охрану.

Если загорелись деревянные предметы, пожар можно тушить водой, песком и с помощью огнетушителя.

Если горит нерастворимое в воде вещество (например, бензин, скипидар и др.), то *нельзя применять для тушения воду*, потому что пожар не только не будет ликвидирован, но даже может усилиться. Многие огнеопасные органические вещества легче воды и при соприкосновении с ней образуют горящую пленку. Чем больше будет воды, тем больше по площади будет горящая пленка и тем опаснее пожар.

Нерастворимые в воде органические вещества следует *тушить песком* или же *накрыванием асбестом* или *кошмой*. Нужно именно накрывать ими очаг пожара, а не набрасывать, чтобы горящие брызги не разлетались в стороны.

Если горящее вещество *растворимо в воде* (например, спирт или ацетон), *его можно гасить водой*.

Во всех случаях весьма пригодным средством тушения является четыреххлористый углерод. При соприкосновении с огнем он образует тяжелые пары, обволакивающие горящее место; доступ воздуха уменьшается и горение прекращается.

Для тушения пожаров в лаборатории можно применять также специальные солевые растворы, которые следует иметь в запасе в особых бутылях, установленных на определенном месте, или в больших ампулах, которые бросают в пламя на горящий предмет так, чтобы ампула разбилась. Хорошо действует насыщенный раствор углекислого натрия или смесь, состоящая из 40—50% воды, 40—55% $ZnCl_2$ и 5—20% $MgCl_2\ 6H_2O$. Преимуществом последней смеси является то, что она не замерзает при обычных для наших северных районов зимних температурах.

При тушении водой горящих стен, столов и пр. струю воды следует направлять *на низ пламени*. Если в лабора-

тории нет пожарного крана, нужно быстро надеть на водопроводный кран резиновую трубку и тушить, как сказано выше.

Когда горит лабораторный стол, одновременно с тушением огня нужно быстро удалить близко стоящие огнеопасные вещества (главным образом, органические растворители) в безопасное место. Никогда не следует иметь около себя и в рабочем лабораторном столе больших запасов огнеопасных веществ, а также хранить их под столами или в рабочем помещении.

Самым необходимым противопожарным средством в лаборатории являются огнетушители; их существует несколько типов, и в зависимости от характера работ в лаборатории следует иметь огнетушители соответствующей системы.

Наибольшим распространением пользуются пенные огнетушители.

Работающему в лаборатории необходимо ознакомиться с инструкцией по обращению с огнетушителем, обычно написанной на каждом из них. Огнетушитель должен висеть в лаборатории так, чтобы е го всегда можно было легко снять и чтобы доступ к нему не был загорожен.

Хорошим средством тушения пожаров, особенно мелких, является песок. В лаборатории он должен быть всегда наготове в определенных местах. Засорять этот песок чем-либо не допускается. Песок следует время от времени перемешивать, чтобы он не слеживался. *Песок должен быть сухим и сыпучим.*

Самое главное при пожарах в лаборатории — это *не давать пламени приближаться к местам, где хранятся легко воспламеняющиеся вещества.*

На случай пожара в лаборатории в определенных местах, известных каждому работающему, всегда должны быть: 1) огнетушитель; 2) ведро или ящик с чистым мелким песком; 3) войлок, шерстяное одеяло или листовой асбест; 4) четыреххлористый углерод; 5) пожарный рукав.

О пожарах в лаборатории нужно помнить следующее:

1. При возникновении пожара в лаборатории *все огнеопасные и взрывчатые вещества должны быть убраны в безопасное место*, которое следует особо предохранять от пламени.

2. *Все имеющиеся под рукой средства тушения надо немедленно использовать и одновременно вызвать местную пожарную охрану.*

3. Надо помнить, что горящие *не растворимые в воде вещества*, особенно жидкости (бензол, бензин и т. п.), *тушить водой нельзя.*

4. *С инструкцией по обращению с огнетушителями должны быть знакомы все работающие в лаборатории.*

5. *Песок*, заготовленный для противопожарных целей, *всегда должен быть сухим, чистым и сыпучим.*

6. Надо постоянно соблюдать правила противопожарной охраны и пожарного надзора.

7. *Нельзя хранить около себя* больших количеств *огнеопасных жидкостей.*

8. *Электрическая проводка всегда должна содержаться в исправном состоянии.*

9. *Нагревательные приборы*, работающие на газе, а также газовые краны и газопровод *должны быть исправны.*

Глава 28

МЕДИЦИНСКАЯ ПОМОЩЬ В ЛАБОРАТОРИИ

В лабораториях бывают случаи, требующие неотложной медицинской помощи — порезы рук стеклом, ожоги горячими предметами, кислотами, щелочами, газообразными веществами и парами некоторых веществ.

При особо серьезных случаях травм необходимо немедленно же обратиться к врачу и вызвать скорую помощь.

Для оказания первой помощи во всех случаях в лаборатории всегда должны быть: 1) бинты, 2) гигроскопическая вата, 3) 3%-ный раствор иода, 4) 2%-ный раствор борной кислоты, 5) 2%-ный раствор уксусной кислоты, 6) 3—5%-ный раствор двууглекислого натрия (питьевой соды), 7) коллодий или клей БФ-6.

При ранениях стеклом нужно удалить его осколки из ранки (если они в ней остались) и, убедившись, что там их больше нет, смазать ранку иодом и перевязать пораненное место.

При термических ожогах первой и второй степени обожженное место можно присыпать двууглекислым натрием(питьевой содой).

Хорошо помогают примочки из свежеприготовленных растворов питьевой соды (2%-ный) или марганцевокислого калия (5%-ный). Лучшим средством для примочек является абсолютный или 96%-ный этиловый спирт, он оказывает одновременно и обеззараживающее и обезболивающее действие.

При более тяжелых или обширных ожогах необходимо немедленно отправить пострадавшего к врачу.

При ожогах химическими веществами (главным образом кислотами и щелочами) пораженный участок кожи быстро промывают большим количеством воды. Затем на обожженное место накладывают примочку: при ожогах

Таблица 17

Вещества, вызывающие отравление, и применяемые противоядия

Вещества, вызывающие отравление	Противоядие
Жидкие и твердые вещества	
Алкалоиды (кроме группы морфина)	Дать одну-две полные столовые ложки очищенного древесного угля или измельченного карболена на стакан воды. Вызвать рвоту
Алкалоиды группы морфина	Бромистая камфора (0,5 *г*) или кордиамин (30 капель), крепкий чай или кофе. В случае необходимости следует делать искусственное дыхание и давать вдыхать кислород или карбоген — смесь кислорода с 6% двуокиси углерода
Альдегиды	Выпить стакан 0,2%-ного раствора аммиака, а через несколько минут — стакан молока
Аммиака раствор	Пить очень слабый раствор уксусной кислоты или лимонный сок. Вызвать рвоту. Дать растительное масло, молоко или яичный белок
Анилин	При отравлении через пищевод вызвать рвоту. Дать вдыхать кислород. Слабительное, но ни в коем случае не спирт и не растительное масло
Бария растворимые соли	Вызвать рвоту. Дать слабительное; сернокислый магний или сернокислый натрий
Бензол	При отравлении через пищевод вызвать рвоту. Дать слабительное, сделать искусственное дыхание и дать вдыхать кислород. Дать кофе
Иод	Вызвать рвоту. Дать 1%-ный раствор серноватистокислого натрия, крахмальный клейстер, молоко
Марганцевой кислоты соли (перманганаты)	Дать воды. Вызвать рвоту. Дать молоко, яичный белок или крахмальный клейстер
Минеральные кислоты	При отравлении через пищевод полоскать рот водой и 5%-ным раствором двууглекислого натрия. Дать молоко и взвесь окиси магния (10 *г* окиси магния в 150 *мл* воды), или известковую воду и растительное масло, или жидкое мучное тесто
Мышьяк или сурьма	Вызвать рвоту. Дать слабительное — сернокислый магний, после чего в 300 *мл* воды растворить 100 *г* сернокислого окисного железа, добавить 20 *г* окиси магния, растертой в 300 *мл* воды, смесь сильно взболтать и давать пострадавшему по одной чайной ложке через 10—15 *мин* до прекращения рвоты

Продолжение табл. 17

Вещества, вызывающие отравление	Противоядие
Цинка соединения	Вызвать рвоту. Дать сырое яйцо в молоке
Щавелевая кислота	Вызвать рвоту. Дать известковую воду, касторовое масло
Газообразные вещества	
Аммиак (из баллона)	Чистый воздух, покой. При потере сознания — искусственное дыхание
Ацетона пары	Чистый воздух. При потере сознания — искусственное дыхание
Бензола пары	Свежий воздух (избегать охлаждения), покой. Вдыхание кислорода
Брома пары	Вдыхание 3—5%-ной газовоздушной смеси, содержащей аммиак, промывание глаз, рта и носа раствором двууглекислого натрия (питьевая сода). Покой, вдыхание кислорода
Иода пары	Вдыхать водяные пары с примесью аммиака, глаза промыть 1%-ным раствором сернова-тистокислого натрия
Окислы азота	Покой. Вдыхание кислорода
Окись углерода, ацетилен, светильный газ	Свежий воздух. Не допускать охлаждения тела. Если дыхание слабое или прерывистое, дать вдыхать кислород. Если дыхание остановилось, делать искусственное дыхание в сочетании с кислородом. Покой
Окиси цинка пары	Как можно больше молока, покой
Сернистый газ	Промывание носа и полоскание полости рта 2%-ным раствором двууглекислого натрия. Покой
Сероуглерод	Чистый воздух, покой. При необходимости искусственное дыхание
Сероводород	Чистый воздух, в тяжелых случаях — искусственное дыхание, кислород
Свинца и его соединений пары	Немедленно отправить в больницу
Ртути пары	Внутрь яичный белок, касторовое масло
Фенола пары	Чистый воздух, покой
Фтористоводородный (плавиковой) кислоты пары	Вдыхание аммиака, чистый воздух, покой
Хлор	Покой, даже при умеренном отравлении вдыхание кислорода

Примечание. Для подачи кислорода для вдыхания берут химическую воронку диаметром 12 см, на конец ее надевают резиновую трубку, которую соединяют с источником кислорода (кислородная подушка). Воронкой покрывают нос и рот пострадавшего.

Продолжение табл. 17

Вещества, вызывающие отравление	Противоядие
Наркотики (диэтиловый эфир, хлороформ, спирты, снотворные и другие наркотические вещества)	Дать или 0,03 *г* фенамина, или 0,1 *г* коразола, или 30 капель кордиамина, или 0,5 *г* бромистой камфоры. После этого дать крепкий чай или кофе. При необходимости делать искусственное дыхание и давать вдыхать кислород
Нитросоединения	Вызвать рвоту. Дать слабительное. *Совершенно недопустимо давать спирт, жиры или растительные масла*
Олова соединения	Вызвать рвоту. Дать взвесь окиси магния в воде, растительное масло
Пиридин	Давать пить чай или кофе в большом количестве. Делать искусственное дыхание
Ртути соединения	Немедленно дать три сырых яйца в молоке (около 1 *л*). Вызвать рвоту. Дать смесь состава: 1 *г* фосфорноватистокислого натрия, 5 *мл* 3%-ной перекиси водорода и 10 *мл* воды, считая, что указанные количества берутся на каждые 0,1 *г* хлорной ртути, попавшей в желудок
Свинца соединения	Дать большое количество 10%-ного раствора сернокислого магния
Серебра соединения	Дать большое количество 10%-ного раствора хлористого натрия (поваренной соли)
Серной и соляной кислот пары	Свежий воздух, покой
Фенол	Вызвать рвоту. Дать известковую воду, или взвесь окиси магния (15 *г* окиси магния на 100 *мл* воды, всего следует дать 500 *мл* по одной столовой ложке через каждые 5 *мин*), или разбавленный раствор марганцевокислого калия (1 : 4000). В тяжелых случаях дают 5%-ный раствор сернова-тистокислого натрия и для дыхания кислород
Фосфор	Дать 200 *мл* 0,2%-ного раствора сернокислой меди. *Не давать жиров или растительных масел!*
Фтористый натрий	Дать известковую воду или 2%-ный раствор хлористого кальция
Цианистоводородная (синильная) кислота и ее соли	При отравлении через пищевод дать 1%-ный раствор сернова-тистокислого натрия или 0,025%-ный раствор марганцевокислого калия, содержащий двууглекислый натрий. Вызвать рвоту. Немедленно давать вдыхать с ваты амилнитрит (накапать на вату 10 капель амилнитрита). Если улучшения нет, сделать искусственное дыхание с обильным применением кислорода

кислотой — из 2%-ного содового раствора, при ожогах щелочью — из слабого (слегка кислого на вкус) раствора уксусной кислоты.

При отравлении химикатами следует немедленно, до прибытия врача, оказать первую помощь. В табл. 17 приводится список веществ, наиболее часто вызывающих отравления, и применяемых противоядий.

Во всех случаях отравления следует немедленно вызвать врача или доставить пострадавшего в медпункт.

В лаборатории полезно иметь специальные плакаты о мерах оказания помощи при несчастном случае.

В техминимум работников лаборатории обязательно должны входить сведения о первой медицинской помощи и симптомах отравления наиболее часто применяющимися в данной лаборатории веществами.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

Справочник по технике безопасности и промышленной санитарии, Профиздат, 1954.

Сборник действующих правил по технике безопасности, Госэнергоиздат, 1955.

Правила безопасности при работе студентов в учебных лабораториях и мастерских, Изд. «Советская наука», 1957.

Справочник химика, т. 3, Госхимиздат, 1952.

Бруевич Т. С., Гусейнова З. Ш., Первая помощь при химических ожогах, Изд. «Медицина», 1966.

I. СОЛЕВЫЕ ВАННЫ (НАИБОЛЕЕ ДОСТУПНЫЕ)

Соль	Количество соли, растворенное в 100 *г* воды, в *г*	Температура кипения раствора °С
NaCl (хлористый натрий)	40,7	108—109
NH_4Cl (хлористый аммоний)	87,1	114,8—115
K_2CO_3 (углекислый калий)	202,5	133,5
$CaCl_2$ (хлористый кальций)	305	178

II. ОБЪЕМ 1 *г* ВОДЫ (УДЕЛЬНЫЙ ОБЪЕМ) ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ ОТ 0 ДО 100 °С

Температура °С	Объем *мл*	Температура °С	Объем *мл*	Температура °С	Объем *мл*
0	1,00013	40	1,00782	75	1,02576
4	1,00000	45	1,00985	80	1,02899
10	1,00027	50	1,01207	85	1,03237
15	1,00087	55	1,01448	90	1,03590
20	1,00177	60	1,01705	95	1,03959
25	1,00294	65	1,01979	99	1,04265
30	1,00435	70	1,02270	100	1,04343
35	1,00598				

III. ДАВЛЕНИЕ ВОДЯНОГО ПАРА ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ ВЫШЕ 100 °С

Температура °С	Давление пара			Температура °С	Давление пара		
	мм рт. ст.	атм	кГ/см²		мм рт. ст.	атм	кГ/см²
105	906,41	1,193	1,232	165,3	5320,00	7,000	7,233
110	1075,37	1,415	1,362	170	5961,66	7,844	8,106
111,7	1140,00	1,500	1,550	170,8	6080,00	8,000	8,266
115	1269,41	1,673	1,726	175,8	6840,00	9,000	9,300
120	1491,28	1,962	2,028	180	7546,39	9,929	10,260
120,6	1520,00	2,000	2,067	180,3	7600,00	10,000	10,333
127,8	1920,00	2,500	2,583	184	8360,00	11,000	11,366
130	2030,28	2,671	2,760	188	9120,00	12,000	12,400
133,9	2280,00	3,000	3,100	192	9880,00	13,000	13,433
139,2	2660,00	3,500	3,617	195	10519,73	14,000	14,303
140	2717,63	3,575	3,694	200	11688,96	15,380	15,892
144	3040,00	4,000	4,133	213	15200,00	20,000	20,666
148	3420,00	4,650	4,650	220	17390,00	22,881	23,644
150	3581,21	4,742	4,869	230	20926,40	27,535	28,452
152,2	3800,00	5,000	5,167	236,2	22800,00	30,000	30,999
159,2	4560,00	6,000	6,200	269,5	38000,00	50,000	51,667
160	4651,62	6,120	6,324	311,5	76000,00	100,000	103,333

IV. ТЕМПЕРАТУРА КИПЕНИЯ ВОДЫ ПРИ РАЗЛИЧНОМ ДАВЛЕНИИ

(давленне паров воды при разлнчных температурах)

Давление пара мм рт. ст.	Температура °С	Давление пара мм рт. ст.	Температура °С	Давление пара мм рт. ст.	Температура °С
680	96,92	687	97,20	694	97,48
681	96,96	688	97,24	695	97,52
682	97,00	689	97,28	696	97,56
683	97,04	690	97,32	697	97,60
684	97,08	691	97,36	698	97,63
685	97,12	692	97,40	699	97,67
686	97,16	693	97,44	700	97,71

Продолжение

Давление пара мм рт. ст.	Температура °С	Давление пара мм рт. ст.	Температура °С	Давление пара мм рт. ст.	Температура °С
701	97,75	735	99,07	768	100,29
702	97,79	736	99,10	769	100,33
703	97,83	737	99,14	770	100,37
704	97,87	738	99,18	771	100,40
705	97,91	739	99,22	772	100,44
706	97,95	740	99,26	773	100,48
707	97,99	741	99,29	774	100,51
708	98,03	742	99,33	775	100,55
709	98,07	743	99,37	776	100,58
710	98,11	744	99,41	777	100,62
711	98,14	745	99,44	778	100,66
712	98,18	746	99,49	779	100,69
713	98,22	747	99,52	780	100,73
714	98,26	748	99,56	781	100,76
715	98,30	749	99,59	782	100,80
716	98,34	750	99,63	783	100,84
717	98,38	751	99,67	784	100,87
718	98,42	752	99,70	785	100,91
719	98,45	753	99,74	786	100,94
720	98,49	754	99,78	787	100,98
721	98,53	755	99,82	788	101,02
722	98,57	756	99,85	789	101,05
723	98,61	757	99,89	790	101,09
724	98,65	758	99,93	791	101,12
725	98,69	759	99 96	792	101,16
726	98,72	760	100,00	793	101,19
727	98,76	761	100,04	794	101,23
728	98,80	762	100,07	795	101,26
729	98,84	763	100,11	796	101,30
730	98,88	764	100,15	797	101,33
731	98,91	765	100,18	798	101,35
732	98,95	766	100,22	799	101,41
733	98,99	767	100,26	800	101,44
734	99,03				

V. ТАБЛИЦА ВАЖНЕЙШИХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ

Растворитель	Температура кипения °С	Вещества и методы, применяемые для обезвоживания
н-Пентан	36,07	$CaCl_2$, металлический натрий
Диэтиловый эфир	35,6	$CaCl_2$, Na_2SO_4, КОН, металлический натрий
Петролейный эфир	40—75	$CaCl_2$, металлический натрий
Сероуглерод	46	$CaCl_2$, P_2O_5
Ацетон	56,1	$CaCl_2$ $CuSO_4$ K_2CO_3
н-Гексан	68,7	$CaCl_2$, металлический натрий
Лигроин	60—80	$CaCl_2$, металлический натрий
Хлороформ	61,2	K_2CO_3 Перегонка над P_2O_5. Категорически запрещается сушить над металлическими натрием и калием, так как возможен взрыв. При взаимодействии с $CaCl_2$ образует фосген
Метиловый спирт (метанол)	64,7	Кипячение над CaO и BaO
Уксусноэтиловый эфир (этилацетат)	77,2	Большое количество прокаленного Na_2SO_4. Перегонка над металлическим натрием
Четыреххлористый углерод	76,5	K_2CO_3, $CaCl_2$, P_2O_5. Сушить щелочами нельзя
Этиловый спирт	78,3	Кипячение над CaO или BaO
Бензол	80,1	$CaCl_2$, P_2O_5, металлический натрий в виде мелких кусочков
н-Гептан	98,5	$CaCl_2$, металлический натрий
Вода	100	—
Диоксан	101,2	Кипячение над КОН и фракционирование
Толуол	110,6	$CaCl_2$, металлический натрий, P_2O_5
Пиридин	115,3	КОН, BaO
Уксусная кислота ледяная	118,5	Многократное вымораживание
Изоамиловый спирт	132,1	Кипячение над CaO или BaO
о-Ксилол	144,4	$CaCl_2$, металлический натрий
м-Ксилол	139,1	P_2O_5
п-Ксилол	138,4	P_2O_5
Нитробензол	210,9	$CaCl_2$. Нагревают на водяной бане. Медленная вакуум-перегонка

VI. МЕЖДУНАРОДНАЯ СИСТЕМА ЕДИНИЦ (СИСТЕМА СИ)

В октябре 1960 г. XI Генеральная конференция по мерам и весам приняла Международную систему единиц СИ (SI) в качестве универсальной системы для всех отраслей науки и техники.

В Советском Союзе утвержден государственный стандарт «Международная система единиц» (ГОСТ 9867—61) для предпочтительного его применения с 1 января 1963 г.

Основными единицами системы СИ приняты: метр, килограмм, секунда, градус Кельвина, ампер и свеча.

Метр (*м*) — единица длины. Он равен 1650763,73 длин волн в вакууме излучения, соответствующего переходу между уровнями $2p_{10}$ и $5d_5$ атома криптона 86.

Килограмм — (*кг*) — единица массы — представлен массой международного прототипа килограмма.

Секунда (*сек*) — единица времени — составляет 1/31 556 925,9747 часть тропического года для 1900 г. января 0 в 12 часов эфемеридного времени (так называют равномерно текущее время, входящее в уравнение динамики небесных тел).

Градус Кельвина (°К) — единица измерения температуры по термодинамической температурной шкале, в которой для температуры тройной точки воды установлено значение 273,16 °К.

Кроме термодинамической температурной шкалы (основной), для практического применения предусматривается Международная практическая температурная шкала 1948 г., основанная на шести постоянных и воспроизводимых температурах фазового превращения, которым присвоены числовые значения, а также на формулах, устанавливающих соотношения между температурой и показаниями интерполяционных приборов.

Температура по обеим шкалам (термодинамической и Международной практической) может быть выражена в градусах Кельвина (°К) и в градусах Цельсия (°С) в зависимости от начала отсчета (положения нуля) по шкале. Соотношения между градусами Кельвина (T) и Цельсия (t) по любой из этих шкал:

$$t = T - 273{,}15$$

$$T = t + 273{,}15$$

Более крупные (кратные) и мелкие (дольные) единицы измерения по сравнению с приведенными в системе СИ следует образовывать путем их умножения или деления на степень числа 10, а их названия — прибавлением приставок к простым названиям. Ниже приведены приставки, применяемые для названия кратных и дольных единиц.

Приставки для образования кратных и дольных единиц

(ГОСТ 7663—55)

Приставки кратных единиц	Множитель, на который умножают единицы системы СИ	Обозначение		Приставки кратных единиц	Множитель, на который умножают единицы системы СИ	Обозначение	
		русское	международное			русское	международное
Тера . . .	10^{12}	*Т*	T	Деци . . .	10^{-1}	*д*	d
Гига	10^{9}	*Г*	G	Санти . . .	10^{-2}	*с*	c
Мега . . .	10^{6}	*М*	M	Милли . . .	10^{-3}	*м*	m
Кило . . .	10^{3}	*к*	k	Микро . . .	10^{-6}	*мк*	μ
Гекто . . .	10^{2}	*г*	h	Нано . . .	10^{-9}	*н*	n
Дека . . .	10	*да*	da	Пико . . .	10^{-12}	*п*	p

ПРЕДМЕТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ

ПРЕДМЕТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ

Абиха ступка 344
Автоклавы 649 сл.
  высокого давления 649 сл.
    с мешалкой 651
  лабораторные, химические 650
  низкого давления 649
    с мешалкой 651
  техника безопасности 649 сл.
Адсорбенты 23, 567, 597
Азеотропные смеси 492
Азот
  жидкий 562
  окислы 692
  определение 67, 121
  поглощение 483
Акролеин 214
Алкалоиды 691
Аллина
  воронка 444 сл.
  холодильник 59
Аллонжи 70
Альдегиды 691
Алюминия
  амальгама 483
  окись 74, 665, 680
Аммиак 692
  раствор 407, 691
    очистка 676
Ампулы
  вскрывание 22
  для фиксаналов 398
Амфолиты 597
Анализатор титрующий 413
Ангидрон 74, 86 сл.
  приготовление 677
Анилин 691
Аниониты 597
Арбузова колба 67, 70
Ареометры 621 сл.
Арретирное устройство 234, 267
Асбест натронный 677
Асбестированная сетка 205
Асбестовый цемент 640
Аскарит 87, 677
Ацетилен 692
Ацетон 698
  пары 692
  сухой 494
  технический, очистка 493

Бабо воронка 210 сл.
Баллоны
  газовые 642 сл.
    для ацетилена 643
    — сжатых газов 407, 642
    — сжиженных газов 407, 642
    штатив 643
  резиновые 612
Бани
  водяные 188, 205 сл.
    одногнездная 205
    с постоянным притоком воды 206
    трехгнездная 206
    электрические 188
  воздушные 189, 211
  глицериновые 214
  криптоловые 217
  масляные 212, 686
  металлические, из легкоплавких металлов и сплавов 214
  парафиновые 214
  паровые 209
  песочные 189, 211
  силиконовые 214

Бани
солевые 210
с постоянной температурой 215
вещества для заполнения 217
трикрезилфосфатные 214
Барботирование 366
Барий
окись 74
растворимые соли 692
хлористый, высушивание 579
хлорнокислый, 74
Барографы 322
Барометры 321 сл.
Бекмана термометр 285 сл.
Бензин, удаление следов 589
Бензол 692, 698
обезвоживание вымораживанием 569, 589
пары 600, 692
Бидистиллят 34 сл.
Блок металлический, нагревательный 224
Болометры 294 сл.
Боринца зажим 142
Бром 600, 692
Брюля аппарат для перегонки под вакуумом 496
Бужи 367
Бумага
индикаторная 408, 609, 682 сл.
для определения паров ртути 609
куркуминовая 683
лакмусовая 683
пропитанная раствором бромной или хлорной ртути 683
свинцовая 683
фенолфталеиновая 682
фильтровальная 428
Бунге бюретка 121
Бунзена
горелка 196
клапан 33, 53, 65
колба 55
Бутыли
градуированные 376
для хранения дистиллированной воды 36
парафинированные 23
Бутыли
покрытие стенок 389, 674
полиэтиленовые 23
резиновые 23
эбонитовые 23
Бюксы 249
Бюла аппарат для ультрафильтрации 475
Бюретки
бескрановые 104
весовые 116 сл.
расчеты при титровании 403
газовые 102
Бунге 121
Винклера 121
Гемпеля 120
для определения азота 121
— — хлора 121
соединение с газовыми пипетками 120 сл.
для растворов, взаимодействующих с воздухом 113
— титрования горячих растворов 110
заполнение 107 сл., 117
мытье 163, 166
объемные 104
отсчет 108 сл.
покрытие внутренней поверхности 106
поршневые 117
приспособление для запирания 115
проверка 124
с автоматической установкой уровня 114
— поршнем-поплавком 115
с притертыми кранами 104
удаление пузырьков воздуха 107
установка 111 сл.
уход 106 сл.
Бюхнера воронка 134

Вагнера встряхиватель 365
Вакуум 330 сл.
глубокий 340
обычный 330 сл.
средний 337 сл.
Вакуумметры 325 сл.
ионизационные 328
вакуумметры
мольный 328
Пирани 328
Вакуум-насосы 65, 330 сл.
водоструйные 65, 330 сл.
металлические 335 сл.
насадка для крепления 331
предохранительное приспособление 333 сл.
прикрепление к водопроводному крану 331, 365 сл.
соединение с вакуум-эксикатором 71
с предохранительным клапаном 336 сл.
стеклянные 331, 341
газобалластные 339
диффузионные 340
золотниковые 337 сл.
масляные 337 сл., 341
системы Комовского 436
Вакуум-перегонка 490, 494 сл.
прибор 496
приемники 497 сл.
Вакуум-сушильные шкафы 584
Вакуум-сушка 584
Вакуум-эксикаторы 71 сл.
испытание 75
соединение с вакуум-насосом 71
Ванны солевые 695
Вата свинцовая 683
Вентили
выпускной 644 сл.
игольчатый 646
редукционный 645
точной регулировки 646
Вес удельный 618
Весовая комната 13, 239, 243
Весовой анализ, расчеты 404
Вестфаля весы 628 сл.
Весы
аналитические 239 сл.
автоматические для быстрого взвешивания 259
апериодического качания 254, 268
график поправок 253
одноплечие ВАО-200 259
периодического качания 243
Весы
поправка на подъемную силу воздуха 252
проверка постоянства 248
равноплечие одночашечные А-200 259
аптечные 234
безмен 232
вакуумные 276
вакуум-термовесы 277
гидростатические Вестфаля 628 сл.
— Мора 628 сл.
грузоподъемность 232
дистанционно -управляемые 276
для грубого взвешивания 232
— точного взвешивания 234 сл.
квадратные 272 сл.
микроаналитические М-20 270
— демпферные СМД-1000 274 сл.
микрохимические 260 сл.
— апериодического качания 269 сл.
— одноплечие 271
— периодического качания 261
нулевая точка 247, 250, 263
полуавтоматические с вейтографом АДВ-200 256
пробирные 273 сл.
ручные 234, 236
рычажные 232
столовые 232
термовесы 272, 276
технические 234
быстродействующие ВТК-500 234
класса 1-го и 2-го 236
технохимические 234
торзионные 272, 275
установка 236, 239 сл., 262, 269
утомляемость 265
уход 237, 242, 250
циферблатные 232, 273
чашечные 232
чувствительность 244, 255, 262
Взбалтывание 360

Взвешивание 231, 233, 265 сл.
грубое 232, 247 сл.
двойное 238
на весах аналитических 247 сл.
— — микрохимических 265 сл.
тарирование 265
Взрывоопасные вещества и смеси 548, 562, 686
Вибратор электронный 365
Вибромельницы 354 сл.
Винклера бюретки 121
Винтерштейнера прибор для фильтрования 462
Висмут 80, 215
ВКЖ, жидкость кремнийорганическая 675
Вкладки в эксикатор, фарфоровые 71 сл.
Вода
апирогенная 32
деминерализованная 13, 29, 38 сл.
дистиллированная 13, 29 сл.
контроль 35 сл.
очистка 30 сл.
хранение 36 сл.
пары, давление 696
температура кипения при различном давлении 696
удельный объем 695
Водонагреватели настенные 11, 195, 201
Водоотделители 506
Водопоглощающие вещества 74
Возгонка (сумблимация) 511 сл.
иода 512
Воздух
жидкий 561
определение содержания паров ртути 609
Воздуходувки электрические 659
Волюмометры 630 сл.
Воронение стальных тиглей 681
Воронки
Аллина 444
аналитические 49, 431 сл.
Бабо 210 сл.
Бюхнера 134
делительные 49
для горячего фильтрования 190, 448 сл.
Воронки
для отбора фтористоводородной кислоты 612
— порошков 21 сл., 383
— фильтрования 47
игелитовые 612
капельные 50 сл.
предохранительная, для выпаривания 544
с петлей 432
— ребристой поверхностью 49
фарфоровая, с водяным охлаждением 451
химические 47
Воск лабораторный 667
Восстановители твердые 80
ВПС, жидкость кремнийорганическая 675
Встряхиватели
Вагнера 365
вертикальный 365, 528
горизонтальный 365
Сокслета 364
Вуда сплав 215, 675
Вульфа склянки 78
Вымораживание 569
Выпаривание 540 сл.
под вакуумом 545 сл.
предохранительное устройство 544
приборы 549
для больших количеств жидкостей 553
— выпаривания с циркуляцией 551
Панкрата 547
с инфракрасной лампой 553
приспособление для предотвращения «ползучести» 545
— Шиффа 547
растворителей 209, 543
Высаливание 591
Высушивание 566 сл.
водопоглощающие вещества 73 сл.
в струе инертного газа 587
выбор высушивающих средств 578
вымораживанием 569, 570, 576
в эксикаторе 586
Высушивание
вязких жидкостей 577
газов 566, 569
гигроскопическими веществами 567
жидкостей 566, 570 сл.
испарением воды при нагревании 569
— низких температур 568
карбидом кальция 575
концентрированной серной кислотой 569
металлическим натрием 574
негигроскопических веществ 568
облучением инфракрасными лучами 586
осадков 586 сл.
освобождение от органических растворителей 588
паров жидкостей 576
перхлоратом магния 577
при низкой температуре и уменьшенном давлении 584
— подогреве и обычном давлении 580
с помощью молекулярных сит 567
сернокислой медью 571
спиртов 571
твердыми поглотителями 566, 569
твердых веществ 566, 579
химическим связыванием воды 567
хлористого бария 579
этилатом магния 572
Высушивающие вещества 578
Выщелачивание 520
Вюрца колба 67 сл., 77

Газ(ы)
высушивание 566, 569 сл.
двуокись углерода 642
жидкие 562, 642
хранение 562
нагревание 222
очистка 480 сл.
парциальное давление 372
растворение 407
сжатые 204, 642
фильтрование 480 сл.
Газопромыватели
с пластинками из пористого стекла 443
стеклянные 480
Геде манометр 328
Гей-Люссака пикнометр 625
«Гекса» (уротропин) 204
н-Гексан 698
Гексахлорэтана пары, отравления 600
Гели 425
Гель-фильтрование 597
Гемпеля
бюретка 120
насадка 77
н-Гептан 698
Герметизация сосудов 177
Гидрохинон, кальциевая соль 483
Гипс 669
Глинталь 669
Глицерин 214
Гольдмана ультрафильтр 475
Горелки
газовые 196 сл.
Бунзена 196 сл.
кольцевая 201
Меккера 196, 228
паяльная 658
плазменные 196
проверка 199
проскок пламени 199, 685
Теклю 196 сл., 228
жидкостные 202 сл.
Госсипол 483
Гофмана зажим 142
Грамм-эквивалент 375
Груша резиновая 170 сл.
Гуча тигль 226, 439
Гюппнера приспособление для наполнения пипеток 95 сл.

Давление
атмосферное 320
измерение 320 сл.
ниже атмосферного 325
паров воды 331
парциальное 376
регуляторы 328 сл.
Даутерм А 215
Декантация 464
Демпферы 255

Денниса прибор для определения температуры плавления 639
Держатели
для бюреток 105 сл.
— воронок 48
— пробирок 47, 146
— стаканов и чашек 147
к штативам 140
Дефлегматоры 76, 491
Джонса редуктор 79 сл.
Диализ 591
Диализаторы 593
Диметилнафтейродин 409 сл.
Димрота холодильник 61
Дина и *Старка* аппарат для улавливания воды 87
Диоксан 698
Дистилляция 487 сл.
Доска для сушки посуды 168
Дрекселя склянки 77 сл.
Дробилки 347 сл.
Дробление 343 сл.
Дьюара сосуды 562 сл.

Ерши 154

Жидкости
высушивание 566, 570 сл.
зонная плавка 595 сл.
кремнийорганические 675
очистка 489
переливание 25 сл., 47
перемешивание 359 сл., 415
предупреждение толчков при кипячении 488 сл.
растворение 407
сливание с осадков на фильтр 464
Жомы для пробок 174

«Заедание» стеклянных пробок, шлифов 182 сл.
Зажимы 142 сл.
Закон распределения вещества 516
Замазки 666 сл.
Запаивание трубок 661
Затвор
гидравлический 209
ртутный 416
Земли отбеливающие 23
Зигмонди ультрафильтр 474
Змеевик 222
для обогревания тиглей паром 545
Золото, восстановление из лабораторных остатков 681
Зонная плавка 595 сл.

Известь натронная 86
Излучатель инфракрасный 193 сл.
Измельчение 343 сл.
гидрофильных материалов 354
гидрофобных материалов 354
механическое 347
пылящих и вредных веществ 346
ручное 343
Индикаторы 408 сл.
Индикация 410
Инструментарий лабораторный 147
Иод 691
возгонка 512
восстановление из лабораторных остатков 682
пары 692
Иониты 39 сл., 597
Ионный обмен 536
Испарение 540
Испарители
для молекулярной перегонки 502 сл.
пленочные 551 сл.
Истирание тонкое 344
Истиратели дисковые 352

Кадмий металлический 80
Кали едкое 74
приготовление растворов 392
Калибрование 124 сл.
Калий металлический 679
хранение 575
Кальций
карбид 575
окись 74
сернокислый, безводный 577
хлористый 73 сл., 570 сл.
Капельницы 85
для горячего промывания 468
Капилляры 638, 660
Каплеуловители 87 сл.
Капля, определение величины 109
Кап-эксикатор 75
Карандаши 21, 670 сл.
термочувствительные 307
Карбюраторы 204
Катиониты 597
Катца прибор для фильтрования 460
Кизельгур 444
Кипелки 488
Кипение
предотвращение перегрева 489
предупреждение толчков 489
температура 487, 634 сл.
нормальная 487 сл.
определение 634 сл.
Киппа аппарат 81 сл.
Кислород
жидкий 562
отделение 481 сл.
Кислота
бензойная 536, 595
коричная 536
марганцовая, соли 691
минеральные 691
разбавление 394
растворы
приблизительные 394
проверка нормальности 396
точные 396
эмпирические 397
серная
концентрированная 73 сл., 569
пары 693
синильная, соли 693
соляная, пары 693
— приготовление 397
стеариновая 536
уксусная, ледяная 698
фтористоводородная
очистка 613
пары 692
хранение 23, 612
Кислота
хлорная 24, 613
цианистоводородная 693
щавелевая 692
Клайзена колба 69, 496
Клапан Бунзена 33, 53, 65
Клещи 148
Ключи гаечные 148
Колбонагреватели 189
Колбы 15, 51 сл., 55, 66 сл.
Арбузова 67, 70
Бунзена 55
— со сливным краном 56 сл.
Вюрца 67 сл., 77
для дистилляции 67
— определения иодного числа 55
— отсасывания 55
— промывания осадков 464
— хранения воды 38
Клайзена 69, 496
конические 55
круглодонные 66
Кьельдаля 67
мерные 121
проверка 124
нагревание 54
плоскодонные 51 сл.
с отводной трубкой для титрования темноокрашенных жидкостей 410
— прямым электрообогревом 190
— саблеобразной отводной трубкой 68 сл.
Фрея 410
Эрленмейера 55
Колокол для защиты колб и приборов 89 сл.
Колонки
поглотительные 170 сл.
полной конденсации 78, 491
Фрезениуса 480
Кольца к штативам 141
Колпаки для защиты колб и приборов 89 сл.
Комаровского смесь 105
Комната
автоклавная 653
весовая 13, 239, 243
Комовского вакуум-насос 436
Комплексообразование 594
Коновалова пипетка 605

Конта — Геккеля каплеуловитель 89
Контракция 372
Конусы для фильтрования 438
Концентрация растворов 373
повышение 553
Кофлера прибор для определения температуры плавления 641
Коха чашки 249
Коэффициент
мультиплетности 404
распределения 516
КПР, жидкость, цементирующая 675
Кран(ы)
винклеровский 121
двухходовые 498
притирка 654
трехходовые 498
Краски
для надписей на бутылях 671
термочувствительные 308
Крахмала растворы, приготовление 675
Крейнига замазка 673
Криостаты 315
Кристаллизаторы 58
Кристаллизация 557 сл.
Кристаллы
выделение 558
сушка 559
Крокус полировочный 665
Крышка стеклянная для колб 55 сл.
Ксилол 698
Куб(ы)
перегонные 29 сл.
смеситель 359
Кумулятивные свойства ядовитых веществ 600
Кусачки
Кьельдаля
колба 67
насадка 33, 52, 88

Лаборатория 11 сл.
Лактометры 624
Лед
разбивание 418
сухой 316
Либиха холодильник 58
Лигроин 698
Линолеум, паста для натирки 672
Лодочка, фарфоровая для прокаливания 136
Ложки 136
для твердых веществ высокой частоты 655
фарфоровые 21
шпатели 21, 136 сл.
Лопаточки резиновые 470
Люминол 410

Магний
перхлорат 577
хлорнокислый, безводный 677
этилат 572
Магнит кольцевой 459
Мази 673
Мак-Леода манометр 325 сл.
Манометр 322 сл.
Мак-Леода 325 сл.
Мозера 327
ртутный 325
Маностаты 328 сл.
Масла
диффузионное 342
минеральные для бань 213
смазочные 675
Масса
бумажная (мацерированная) 434
истинная 231, 238
номинальная 231
Материалы фильтрующие 427 сл.
Машинка для сверления пробок 180 сл.
Медицинская помощь 690 сл.
Медь сернокислая, безводная, получение 571
Меккера горелка 196, 228
Мельницы
вибрационные 354
вихревая 356
коллоидные 353, 355 сл.
кофейные 350
стержневые 353, 356
струйные 356
тонина помола 356
шаровые 349, 356
М10-3 355
Мембрана 592 сл.
Менделеева пикнометр 625
Менделеевская замазка 22, 178, 666
Мензурки 92 сл.
Металлы драгоценные, восстановление из лабораторных остатков 681
Метанол 698
Мех стеклодувный ножной 659
Мешалки 416 сл.
из резиновой трубки 363
лабораторные 363
механическая 363
с водяной турбинкой 361
— воздушным мотором 361
стеклянные 417
электромагнитные 363, 400
Микробюретки 118 сл.
Микровесы электронные ЭМ-1 271
Микрогенератор газа 85
Микропипетки 100 сл.
Микроэксикатор 75
Миллимоль 374
Мозера манометр 327
Молон 373
Молоток 148
Моль 373
Мора
весы 628 сл.
зажим 142
пипетка 92
Мостик Уитстона 296
Мотор воздушный 361
Муфель 190
Муфты к штативам 141
Мытье химической посуды 15, 153 сл.
бюреток 163, 166
водой 154 сл.
приспособления 155 сл.
— для чистки щетками 156
ершами 154
из-под ядовитых веществ 601
марганцовокислым калием 164
механический метод 156
мылом 160
органическими растворителями 158 сл.
аппарат 160
Мытье химической посуды
паром 158
пипеток 163
серной кислотой и растворами щелочей 165
смесью соляной кислоты и перекиси водорода 165
смешанные способы 166
тринатрийфосфатом 160
трубок 163
физический метод 154
химические методы 161
хромовой смесью 161
щетками 156
Мышьяк 691

Набухание 373
Нагревание 14, 186, 205 сл., 685
в атмосфере инертных или других газов 218 сл.
— печь 219
— посуде из электропроводящего стекла 221
газов и паров 222
огнеопасных веществ 686
парами жидкостей 215
полупроводниковыми пленками 219
приборы 186 сл., 196 сл.
при микро- и полумикрохимических работах 223
пробирок, приспособление 208 сл.
эвтектическими смесями 215
электролампами 193
Надписи 670 сл.
Напалечник резиновый 229
Напильники 148
Наркотики 693
Насадки
Гемпеля 77
для горелок Бунзена и Теклю 652, 661
— дистилляции 76
— переливания жидкостей 25, 48 сл.
— фильтрования газов 480 сл.
капельная 51
Конта — Геккеля 89
Кьельдаля 33, 52, 88

Насадки
с бусиной на бюретку 104
чешская 33
Насосы водоструйные 65
Натр едкий 74
приготовление растворов 387 сл.
Натрий
амальгама 393
металлический 574, 679
переплавка 575
фтористый 693
хранение 574 сл.
Нафталин 536, 595
α-Нафтиламин 536
Нитробензол 698
Нитросоединения 693
Ножи 147
для резки стекол 658
— точки сверл 176
Ножницы 147
Номограммы 17, 621
Нормальность 374, 400
Нутч-фильтры 440
обогреваемые 450
Нуль весов 247, 250, 263

Обезвоживание см. Высушивание
Оборудование лабораторное, металлическое 140 сл.
Объемный анализ, расчеты 406
Огнеопасные вещества 23, 686
Огнетушители пенные 687
Оксигидрохинона триацетат 482
Оливы переходные 87
Олово 215
соединения 693
ОППИР-09, пирометр оптический 303
Осадки
высушивание 586 сл.
промывание 444, 464, 468
декантацией 464
на фильтре 465 сл.
— центрифуге 470
студенистые, фильтрование 425, 473
трудноотфильтровываемые 458 сл.
Осаждение малорастворимых веществ 593
Оствальда пикнометр 626
Отвертки 148
Отжим 424, 472 сл.
прессы лабораторные 472 сл.
Отравление 600, 691 сл.
Охлаждение 14, 451, 561 сл.
Очистка 591 сл.
бензойной кислоты 595
газов 480 сл.
диализ 591
жидкостей 489
зонная плавка 595 сл.
ионный обмен 596
комплексообразование 594
нафталина от антрацена 595
образование летучих соединений 594
осаждение малорастворимых веществ 593
посуды для точных работ 167
ртути 610
фильтров 442
холодильников 59
хроматографией 596
Очки предохранительные 18, 229

Палочки
капельные 85
титровальные 409
Панкрата прибор для выпаривания 547
Парафин 22, 177 сл., 536
Парообразователи 505
Пароперегреватели 222 сл.
Пары
воды 696
высушивание 576
нагревание 222
перегретые 223
Паста для удаления ядовитых веществ с одежды 603
Пеннинга манометр 328
н-Пентан 698
Перегонка 490 сл., 591
дробная 491
под обыкновенным давлением 490
— уменьшенным давлением 494
при высоком вакууме 501 сл.
— умеренном вакууме 495
с водяным паром 504 сл.
жидких веществ 508
кристаллических 510
фракционная 491
Перегородки полупроницаемые 592 сл.
Перекатывание на листе фильтровальной бумаги 357
Перекристаллизация 557 сл., 591
Пересыпание 357
Перколятор 525
Перманганаты 691
Перчатки резиновые 18, 603
Перчаточный бокс 615
Петри чашка 249
Печи
для макроанализа 192
— нагревания в атмосфере инертных газов 212
муфельные 190, 225
разъемные 227
тигельные 191, 225
алюминиевые 218 сл.
трубчатые 172
броинированные 649
Финкенера 542
шахтная 172
Пикнометры 625 сл.
Пинцеты 144
Пипетки 92 сл.
автоматические 85 сл.
взрывные 103
газовые 102 сл.
градуированные 93, 100
для вязких жидкостей 102
— отбора плавиковой кислоты 612
— собирания ртути 607 сл.
— ядовитых жидкостей 95 сл.
Коновалова 605
Мора 92
мытье 163, 166
наполнение 93 сл.
проверка 124 сл.
с резиновой грушей 95, 162
универсальная 604
установление мениска 94
Пирани манометр 328
Пиридин 693, 698
Пирогаллол 481
Пирогаллол А 482
Пирометры 281, 301 сл.
оптические 303 сл.
ОППИР-09 303
ОР-48 305
радиационные 302
фотометрический 305
ЭОП-1 305
эталонные 305
Плавка зонная 595
Плавления температура 638 сл.
Пластинка из прессованного стекла 440 сл.
Платина, восстановление из лабораторных остатков 681
Пленки
полупроводниковые 219 сл.
полупроницаемые 592 сл.
Плиты
газовые 200
электрические 187 сл.
Плоскогубцы 148
Плотность 618 сл.
Поглотители газов 481 сл.
Подставки
для круглодонных колб 66
— тиглей 133
Пожары в лабораториях 685 сл.
Полиорганосилоксаны 674
Полотенца лабораторные 18
Полумикровесы 260
Помол, тонина 356
Посуда химическая 45 сл.
высокоогнеупорная 130, 136 сл.
из пластиков 129
кварцевая 139 сл., 205
мерная 92 сл.
общего назначения 45 сл.
пластмассовая 655
с нормальными шлифами 90 сл.
специального назначения 66 сл.
тарированная 233
фарфоровая 130 сл.
Посудомоечная машина «Страуме» 151
Прессы лабораторные 472 сл.
Приспособления
Гюппнера к пипетке 95 сл.

Приспособления
для вращения шаровых и стержневых мельниц 350
— нагревания пробирок 208 сл.
— наполнения пипеток 95 сл.
— — — с бусиной 96
— перекачивания отстоявшихся растворов 388
Шиффа 547
Притирка 664
Прихватка для чашек 229
Пробирки 45 сл.
внесение твердого вещества 46
градуированные 46
нагревание 208
перемешивание содержимого 47
центрифужные 46, 477
Пробки
закрепление на бутыли 179
корковые 36, 174 сл.
полиэтиленовые 182
резиновые 36, 179 сл.
сверление 175, 180
стеклянные 36, 182
притирка 664
Проволока 148
Прокаливание 186, 225 сл.
Промывалки 52 сл.
полиэтиленовые 129
с насадкой Кьельдаля 52 сл.
— предохранительной трубкой 53
усовершенствованные 53
Хюбнера для газов 79 сл.
Пропан сжатый 204
Просеивание 358
Противогазы 18, 602
Противоядия 691 сл.
Пыль карборундовая 663
Радиоактивные вещества 616
Разновес 232, 237, 245, 268, 270
Рамзая замазка 674
Растворение
в органических растворителях 415
газов 407
жидкостей 407
кристаллических веществ 371
Растворение
порошков 371
смолистых веществ 372
Растворимость 369 сл.
кристаллических веществ 559
Растворители органические 158 сл.
огнебезопасные 414
огнеопасные 414
отравление 600
прибор для приготовления растворов 415
регенерация 160, 487 сл.
сушка 415, 570 сл., 698
удаление следов 589
Растворы
белковых веществ 675
водные 373
расчеты при приготовлении 378 сл.
смешивание 381 сл.
концентрации 373 сл.
маточные 557
моляльные 373, 375
молярные 374, 383
неводные 373, 413 сл.
нормальные 374
обесцвечивание 418
перекачивание 388
поправка 377
приблизительные 378 сл.
солей 386
стандартные 384
техника приготовления 376
титрованные 399 сл.
термочувствительные вещества, упаривание 549, 552
точные по определяемому веществу 384
хранение 376
— в атмосфере двуокиси углерода 377
щелочей 387
эмпирические 373, 385
Рациональные величины 404 сл.
Реактивы 19 сл.
Реакции в толстостенных запаянных трубках 648
Регенерация
металлов 681
органических растворителей 160, 487 сл.
Редуктор Джонса 79 сл.
Резка стеклянных трубок и палок 659
Рейтер 246 сл.
Рейшауера пикнометр 625
Ренье пикнометр 625
Реторты 57
Решетки для сушки посуды 168 сл.
Реэкстракция 517, 536 сл.
Розе
сплав 215, 673
тигль 219
Ртуть
определение в воздухе 609
отравление 601, 606
очистка 610 сл.
каскадный прибор 611
пары 692
собирание 607 сл.
соединения 693
хранение 606 сл.
Руппа прибор для определения температуры кипения 636

Самовоспламеняющиеся вещества 23
Сверла 175
Сверление
пробок 175, 180
стекла 662
Светильный газ 692
Свинец 215
отравления 601
пары 692
соединения 693
Сера 670
Серебро
восстановление из лабораторных остатков 681
соединения 693
хлористое, для склеивания стекла 668
Сероводород 692
бескислотное получение 678
отравление 601, 692
получение 61 сл.
Сероуглерод 692, 698
удаление следов 589
Сетки
асбестированная 205
с полушаровидным углублением 66
фарфоровые для фильтрования 135
Сефадекс 597
Сжигание 131
Сиволобова прибор для определения температуры кипения 637
Сикса термометр 287
Силикагель 23, 74
Сита молекулярные 587
Сифонирование 22, 62 сл., 445
Сифонное устройство для водяной бани 207 сл.
Сифоны 23, 25, 62 сл., 604
Склеивание стекла 668, 670
Склянки
Вульфа 78
Дрекселя 78
Тищенко 78
флорентинские 508
Смазки для шлифов 673 сл.
Смеси
азеотропные 492
взрывоопасные 548
охлаждающие 561 сл.
Смесители 358 сл.
Смешивание 343 сл.
Совочек для отбирания твердых веществ 655
Сокслета
аппарат для экстрагирования 521
встряхиватель 364
трубка 444
холодильник 60 сл.
Солевые ванны 695
Солей растворы 386
Сопротивления, термически чувствительные 300
Сосуды Дьюара 562
Спирт 693
высушивание 571
изоамиловый 698
метиловый 698
обезвоживание 572
определение полноты обезвоживания 573
сухой 204
удаление следов 589
этиловый 698
Спиртометры 624
Сплавы
Вуда 215, 673
для склеивания стекла 668, 670
Розе 215, 673

Стаканчики для взвешивания 249
Стаканы 15, 51
батарейные 51
для промывания осадков с применением декантации 464
— сливания жидкостей 439
парафинирование 613
фарфоровые 130
Станок для баллона с фтористоводородной кислотой 612
Стекло
матовое 662
придание гидрофобности 674 сл.
сверление 662
склеивание 668, 670
сорта 126 сл.
травление 663
часовое 15, 249
шлифовка 662
Стол(ы)
антивибрационный 242
для работы со ртутью 607
— сушки посуды 168
лабораторные 12, 18, 26 сл., 672
фрикционный 353
Стоянки для бутылей 24 сл.
Студни 425
Ступки 131, 146, 343 сл.
Абиха 344
агатовые 344
механические 352
очистка 346
для измельчения малых количеств вещества 344
— — пылящих веществ 346
Сублимация 511, 591
Суперцентрифуга 479
Сургуч 22, 178, 667
Сурьма 691
Суспензии тонкие, отделение 459
Сушилки инфракрасные, карусельного типа 587
Сушка химической посуды 168 сл.

Тара 233
Тарирование 265
Теклю горелка 196, 228
усовершенствованная 198
Температура
автоматизация контроля 309
измерение 280 сл.
истинная 283
кипения 215, 634 сл.
плавления 638
регулирование 311
Термисторы 281, 286, 300 сл.
Термографы 310
Термометр(ы) 281 сл.
Бекмана 285
болометры 294 сл.
вспомогательный 283
газонаполненные 282
депрессия 290
дилатометрические 281
для измерения температуры порошков и твердых тел 286, 301
жидкостные для низких температур 289
контактный 312
максимальные 286
манометрические 281, 292
метастатические 285
нормальные 283
образцовые 283
оптические 281, 303
палочковые 282 сл.
паровые 292
паспорт 284, 292
проверка 290 сл.
ртутноталлиевые 282, 289
ртутные 282
— поправка на выступающий столбик ртути 283
— разрыв столбика ртути 288
самопишущие 294, 306
Сикса 287
сопротивления 294 сл.
старение искусственное 289
термическое последствие 290
термопары 297 сл.
терморегулятор контактный 312
термохимические 281, 307 сл.
термоэлектрические 297 сл.
технические 288 сл.
Термометр(ы)
трубчатые 282 сл.
указывающие 294
химические 282
черпение 282
электрические 281, 294
Термопары 297 сл.
Терморегуляторы 311 сл.
Термостаты 315 сл.
Техника безопасности 17
Тигли 131, 144, 205, 225
Гуча 226, 439
кварцевые 226
пальцевидные 542
платиновые 144, 205, 226
исправление 145
Розе 219
содовые 228
стальные воронение 681
стеклянные с фильтрующей пластинкой 440
фарфоровые 131, 205, 225
охлаждение в эксикаторе 134
очистка 134
фильтровальные 225
Тиле прибор для определения температуры плавления 639
Тиски 148
Тиссена аппарат для ультрафильтрации 476
Титр 375 сл.
Титратор
автоматический с поршневой бюреткой 412
импульсный 412
ТВ-6Л1 412
Титрование 103, 399
автоматическое 410
темноокрашенных жидкостей 410
Тищенко склянка 78
Толуол 698
Травление стекла 663
Треноги металлические 142
Треугольник фарфоровый 131
Тройник 498
Трубки
для барботирования 367
— фильтрования 443 сл.
мытье 163
Сокслета 444
стеклянные
Трубки
запаивание 661
оттягивание 660
резка 659
сгибание 661
хлоркальциевые 85 сл.
Турбина водяная 362

Углерод
окись 493, 601, 692
четыреххлористый 698
Уголь активированный 23
Уитстона мостик 296
Ультрафильтрование 473 сл.
Ультрафильтры 426, 473 сл.
Ульша каплеуловитель 89
Упаривание
жидкостей 195
растворов для повышения концентрации 553
— термочувствительных веществ 549, 552
Уротропин («Гекса») 204
Установка для получения бидистиллята 34
Устройство для возгонки иода 512
Ухватики 143

Фенол 693
пары 692
Фиксаналы 397 сл.
Фильтрат 424
Фильтрование 14, 424 сл.
автоматическое 462 сл.
агрессивных жидкостей 425, 429
аппарат с приспособлением для отбирания проб 444
в атмосфере инертного газа 452
вязких жидкостей 455
газов 480 сл.
коллоидных растворов 426
лаков 455
легковоспламеняющихся жидкостей 449
легколетучих жидкостей 460
под вакуумом 320, 434
— давлением 320, 454

Фильтрование
прибор с трубкой Сокслета 444
при нагревании 447
— обычном давлении 431
— охлаждении 451 сл.
расплавов 426
растворов
белковых веществ 426
веществ, изменяющихся под действием воздуха 453
с применением центрифуг 453
слизистых веществ 426
смол жидких 455
студнеобразных веществ 425, 475
тестообразных веществ 454
Фильтрпресс горизонтальный 455
Фильтры 424
абсолютные 429
асбестовые 427, 439
батарея 457
беззольные 428
бумажные 428 сл.
конитовые 38
мембранные 473
нутч 440
смешанные 427
стеклянные 427, 440 сл.
тигли фарфоровые 427
укрепление 438, 455
ультратонкие 426, 473
Финкенера печь 542
Фишера реактив, приготовление 677
Форштос 58
Фосген 600
Фосфора пятиокись 74
Фосфорный ангидрид 74
Фракционирование 491 сл.
Фрезениуса колонка 480
Фрея колба 410
Фрика защитная масса 664
ФЭП-4, фотоэлектрический пирометр 305 сл.

Халат лабораторный 18
Хлор 600, 692
Хлор
бюретка для определения 121
Хлоркальциевые трубки 85 сл.
Хлороформ 693, 698
удаление следов 589
Холодильники 58 сл., 315
Аллина 59
Димрота 61
Змеевиковые 59
Либиха 58
обратные 59 сл.
очистка 59
пальцевые 61 сл.
прямые 58
Сокслета, шариковые 60
Хром хлористый, раствор 482
Хроматография 596 сл.
Хромовая смесь 161 сл.
Хюбнера промывалка для газов 79 сл.

Целлафильтры 473
Цемент
асбестовый 640
для фарфора и керамики 669
Центрифуги 476 сл.
Центрифугирование 476 сл.
Цеолиты 579
Церезин 536
Цилиндры
для определения плотности ареометрами 622 сл.
— смешивания 360
мерные 92 сл.
Цинк
амальгамированный 80
приготовление 680
окись, пары 665, 692
соединения 692

Чашки 15
выпарительные 130 сл.
Коха 249
металлические 146 сл.
Петри 249
стеклянные 541
фарфоровые 541
эмалированные 541
Черненые шкалы термометров 282

Число водяное 475

Шаблон для сверления стекла 662
Шиффа приспособление для выпаривания 547
Шкалы температурные 290
Шкафы
вытяжные 13
сушильные 548, 580 сл.
взрыв 548
с водяной рубашкой 581
— газовым обогревом 580
электрические 582 сл.
для быстрой сушки 584 сл.
Шлифовка стекла 662
Шлифы нормальные 90 сл.
Шпатели 21, 136, 139
для твердых веществ высокой частоты 655
Штатив(ы)
для воронок 47, 432
— пипеток 101
— пробирок 46
с набором держателей 140
универсальный 141

Щелочи, растворы 387 сл.
хранение 140, 378, 394
Щетки 154
кордовые 148
стальные 148
Щипцы тигельные 143

Эвери прибор для определения температуры плавления 639
Эвтектические смеси 215
Эксикатор(ы) 70 сл.
вакуум-эксикаторы 71 сл.
вкладки 72
обыкновенные 71
открывание 72 сл.
переноска 72

Экстрагирование 516 сл.
автоматическое из непрерывного потока 534
водой или водными растворами 518, 524
горячее 524
жидкостей 516, 527 сл.
определение окончания 522
органическими растворителями 520, 525
расплавами твердых органических веществ 518
твердых веществ 518 сл.
холодное 518
Экстракт 521
Экстрактор
автоматический непрерывный проточного типа 535
для аппарата Сокслета 523
— горячего экстрагирования 525
— экстрагирования жидкостей 531
упрощенный 526
Экстракция см. Экстрагирование
Электродиализ 593
Элюат 597
Эмульсии, разрушение 510
ЭОП-1, пирометр оптический 305
Эрленмейера колба 55
Этилацетат 698
4-Этоксиакридон 410
Эфир
диэтиловый 693, 698
взрыв 492
обезвоживание 574
отделение перекисных соединений 493
удаление следов 589
хранение 493
петролейный 698
уксусноэтиловый 698

Ядовитые вещества 600 сл., 690 сл.
Ящик для работы с ядовитыми веществами 615

Петр Иванович Воскресенский
ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Издательство «Химия», М., 1969 г.
720 с.
УДК 542.1/3.(076.5)

Редактор Л. Н. Одерберг
Технический редактор З. И. Яковлева
Корректоры В. И. Логвинова, Г. А. Артемова

Т-07866 Подписано к печати 19/VI-1969 г.
Формат бумаги 84×108¹/₃₂ Усл. печ. л. 37,80 Уч.-изд. л. 38,41
Тираж 25.000 экз. Цена 1 р. 49 к. Тип. бум. № 2
Тем. план 1969 г., № 62 Зак. 117

Типография № 21 Главполиграфпрома
Комитета по печати при Совете Министров СССР
Москва, 88, Угрешская, 12