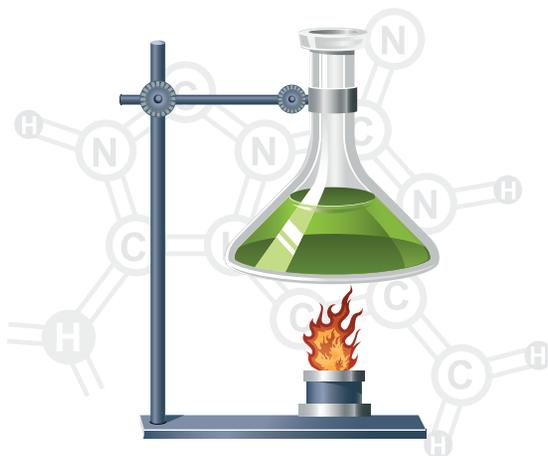


ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Учебное пособие
для студентов, обучающихся по специальности
020101.65 «Химия» и по направлению 240401.62
«Химическая технология и биотехнология»



Тольятти
ТГУ
2010

Министерство образования и науки Российской Федерации
Тольяттинский государственный университет
Институт химии и инженерной экологии
Кафедра «Химия»

ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Учебное пособие

для студентов, обучающихся по специальности 020101.65

«Химия» и по направлению 240401.62

«Химическая технология и биотехнология»

Тольятти

ТГУ

2010

УДК 542 (075.8)

ББК 24.1

Т381

Рецензенты:

к.т.н., доцент Тольяттинского военного технического института

А.Л. Каплан;

к.т.н., доцент Тольяттинского государственного университета

Т.Е. Лукьянова.

Т381 Техника лабораторных работ : уч. пособие для студентов, обучающихся по специальности 020101.65 «Химия» и по направлению 240401.62 «Химическая технология и биотехнология» / сост. О.С. Авдякова. – Тольятти : ТГУ, 2010. – 84 с.

В учебном пособии кратко изложены приемы, операции, применяемые в технике лабораторных работ. Описаны химическая посуда и установки, которые необходимы для проведения различных экспериментов.

Учебное пособие написано в соответствии с программой лекционного курса и практикума для студентов I курса, обучающихся по специальности 020101.65 «Химия» и по направлению 240401.62 «Химическая технология и биотехнология» института химии и инженерной экологии Тольяттинского государственного университета.

Рекомендовано к изданию научно-методическим советом Тольяттинского государственного университета.

© ГОУ ВПО «Тольяттинский государственный университет», 2010

1. КРУГ ИНТЕРЕСОВ ХИМИИ

Химия — одна из областей естествознания. Наиболее часто встречающееся определение химии — *наука о веществах и их превращениях*. Нередко, давая определение химии, говорят, что она занимается *химическими веществами*. В химии понятие «вещество» подразумевает любую совокупность атомов и молекул. Превращения веществ, сопровождающиеся изменением состава молекул, называют химическими реакциями.

Однако известно, что вещество может меняться (например, при изменении температуры или давления), не превращаясь в другое вещество. В частности, при нагревании лед превращается в жидкость, а затем в пар, но это все одно вещество — вода.

Кроме того, обычно подразумевается, что химическое вещество состоит из атомов; между тем превращение вещества может состоять в разрушении атомов, и тогда вещество не переходит в другое вещество, а попросту перестает существовать, превращаясь, например, в плазму.

Наконец, явления, сопровождающие превращения веществ (скажем, выделение или поглощение тепла), в конечном счете приходится рассматривать как неотъемлемые компоненты этих превращений. Следовательно, исследование включает в себя изучение всех аспектов этих превращений.

Многие считают, что главное содержание химии — это реакции, при этом можно говорить об их большом многообразии. Действительно, реакция — исполнительница одной из главных химических ролей, но прежде всего химия — это наука о веществах.

Таким образом, основу (ядро) химии составляет изучение многообразия химических веществ, их описание и систематика. Если индивидуальное вещество обозначить символом X_i , а множество $\{X_i\}$, то центральная задача химии — обнаружение и исследование отдельных X_i , изучение их совокупности $\{X_i\}$. Сюда же относится и интерпретация множества, то есть выяснение причин, по которым существуют именно наблюдаемые, а не какие-нибудь другие вещества.

Химия как метод изучения химических свойств и строения веществ является многогранной и весьма плодотворной наукой. На сегодняшний день известно около 20 млн органических веществ и около полу-

миллиона неорганических веществ. При этом каждое вещество может вступать в десятки реакций.

Первостепенный интерес химии как науки представляют способы получения (*синтез*) и идентификации (*анализ*) химических веществ. Синтез и анализ до настоящего времени составляют весомую часть химических исследований.

В настоящее время почти не осталось таких природных веществ, которые химики не могли бы получать в лабораториях или в условиях химических производств. Сейчас в лабораториях химики создают такие вещества, для которых в природе нет аналогов, вещества с пока непредсказуемыми, необычными свойствами или комбинацией таких свойств.

Главная же составляющая современной химии – это исследование функциональных зависимостей вида $p = p(X_i)$, где X_i – химическое вещество, а p – какое-либо свойство. Это может быть и такое химическое свойство, как реакционная способность, и такое физическое свойство, как температура плавления или электропроводность.

Химия разделяется на четыре направления: неорганическая, органическая, физическая и аналитическая химия. В связи с развитием науки возник ряд подразделов: коллоидная химия, нефтехимия, химия мономеров и полимеров, редких элементов, природных соединений, поверхностно-активных веществ, комплексных соединений и др.

Ни одно серьезное химическое исследование не обходится без использования физических методов. Проблематика физики главным образом состоит в изучении *физических явлений*. Вещество для физика – чаще всего только арена, на которой происходит интересующее его действие. Химика же интересует именно вещество и особенно ряды веществ. Что произойдет со свойством p (реакционной способностью, электропроводностью и т. п.) при замене атома водорода на метил, этил, пропил и т. д. или натрия на калий, рубидий, цезий?

Взаимодействие химии и физики дало сразу две науки: физическую химию и химическую физику, причем изучают они совершенно разные объекты. Физическая химия исследует вещества с помощью физических методов и на основе законов физики. Предметом химической физики являются отдельные частицы вещества, строение молекул.

Результаты химических исследований являются основой химических технологий. В результате взаимодействия наук возникли геохимия, агрохимия, биохимия – наука, изучающая химические основы жизни, космическая химия, которая изучает химические процессы, протекающие на планетах, звездах и в межзвездном пространстве. Самой молодой областью химии является математическая химия, задача которой – применение математических методов для обработки результатов химических экспериментов, поиск связей между строением вещества и свойствами веществ.

В современной химии находят развитие структурные представления о химическом строении веществ. Чаще всего рассматривают структуру молекул, кристаллов, конденсированных фаз и других образований (ассоциаты, кластеры, мицеллы, пленки, мембраны и др.). В химии до сих пор осталось еще много неразгаданных загадок о *веществах* и еще больше нераскрытых возможностей по их *превращению*.

2. ИСТОРИЯ ХИМИИ И ТЕХНИКИ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Рождение химии как самостоятельной науки относится к XVII веку. Хотя установлено, что в XIV–XI вв. до н.э. в Месопотамии уже применяли печи, в которых за счет сжигания угля температура достигала 1100–1200°C. Печи использовались для выплавления и очистки металлов, варки стекла, обжига керамики.

Химия выросла из древнейшей науки алхимии, которая возникла в Египте в III–IV вв. н. э., а затем получила широкое распространение в Западной Европе в XI–XIII вв. н. э. Алхимики были хорошими экспериментаторами, они изобрели первую химическую посуду и приборы. В наследство от алхимии остались прекрасно разработанные методы выделения и очистки веществ: дистилляция (перегонка), сублимация (возгонка), кристаллизация и перекристаллизация, а также некоторые другие.

В 1789 году А. Лавуазье опубликовал знаменитый «Начальный учебник химии» в трех частях. Третья часть называлась «Описание химических приборов и практических приемов». В XVIII и в первой половине XIX века первостепенное значение получили аналитичес-

кие исследования состава различных минералов, руд, неорганических веществ. Широко стали использоваться стеклянные приборы для химических работ, деревянные штативы, каучуковые трубки для соединения стеклянной аппаратуры. В 1848 году в Висбадене К.Р. Фрезениус открыл первую в мире учебную и исследовательскую лабораторию по аналитической химии.

Несмотря на то что современная наука далеко ушла в развитии фундаментальных основ химии, созданы уникальные приборы и оборудование для проведения химических исследований, основные «практические приемы» остались прежними. Много химической посуды и приборов в память о своих изобретателях носят их фамилии: колба Бунзена, воронка Бюхнера, колба Вюрца, холодильник Либиха и т. д.

3. ХИМИЧЕСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ОБЩИЕ ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОЙ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ

Успех работы в области химии зависит в значительной степени от экспериментальных исследований, которые проводятся в химических лабораториях. Эффективность же экспериментов зависит от химической оснащённости лаборатории, и главное — от выбора наиболее рационального и безопасного для данного случая приема и прибора.

Химические лаборатории различаются по своему назначению или заданию. Существуют различные, в том числе и специальные, лаборатории: учебные химические; научно-исследовательские; санитарные (проверка уровня допустимых концентраций в почве, водоемах или подземных водах, в атмосфере); центральные заводские (ЦЗЛ, исследования по совершенствованию технологии и повышению качества продукции, разработка методик проведения анализов); по проверке качества выпускаемой продукции (например, цеховые или ОТК).

В свою очередь, эти лаборатории можно разделить по профилю проводимых работ: неорганической, органической, физической или аналитической химии, нефтехимии, коллоидной химии и т. д.

Существуют лаборатории, которые ведут исследования в узком направлении, например в области химии кремния или химии фтора. В лаборатории могут заниматься только радиоактивными или взрывча-

тыми веществами. Лаборатория может ограничиваться одним методом проведения исследований, например рентгеноструктурным анализом, или одним процессом, например катализом.

Для специальных лабораторий предъявляются особые требования по их организации, но есть и общие правила, которые необходимо учитывать для организации эффективной и безопасной работы в любой химической лаборатории.

Впервые придя в химическую лабораторию, начинающий сталкивается с целым рядом затруднений, что обусловлено незнанием предназначения химической посуды, возможностей установок и приборов, тонкостей при проведении тех или иных лабораторных операций и приемов, а также сопряженных с работой в лаборатории возможных опасностей. Конечно, нужные знания и навыки приобретаются с опытом, но общие понятия и приемы необходимо освоить в самом начале работы, чтобы избежать ошибок и не навредить собственному здоровью.

Любая лабораторная работа должна быть основана на строгих научных принципах. Исполнитель должен понимать смысл и цель проводимого эксперимента и владеть теоретическими предпосылками, которые лежат в его основе. Поэтому, чтобы в совершенстве овладеть техникой лабораторных работ, необходимо хорошо знать теоретические основы химии, физики и смежных с ними наук.

Огромное значение при проведении лабораторных работ имеет точность и повторяемость поставленного эксперимента. И в этом чрезвычайно большую роль играет чистота химической посуды. При использовании недостаточно чисто вымытой химической посуды (по небрежности или неумению) могут быть получены искаженные результаты опыта и сделаны неправильные выводы.

При проведении лабораторных работ необходимо строго соблюдать условия методик и инструкций. В литературе описан такой случай, когда при проведении опыта, связанного с демонстрацией горения, погибли 10 студентов и 20 были ранены. Оказалось, что для опыта по ошибке были взяты навески тетранитрометана и толуола в граммах, в то время как по условиям опыта необходимо было взять навески в миллилитрах. При значительной разности в плотности обоих веществ резко изменилось соотношение углерода с кислородом и вместо смеси, спокойно

горящей высокотемпературным пламенем, получилось взрывное вещество большой силы.

Опасные и вредные факторы, воздействующие на работающих в химической лаборатории, можно разделить на физические, химические и психофизиологические.

К **физическим факторам опасности** относятся: повышенный шум (например, работа дробильного оборудования), загазованность (разгерметизация сосудов хранения газов, выделение газов в результате реакции), повышенная или пониженная температура.

Работа в химической лаборатории связана с большой травмоопасностью вследствие возможного возникновения взрывов, пожаров и других чрезвычайных ситуаций.

Практически все химические процессы проводятся с использованием электроприборов и электрооборудования, поэтому существует опасность поражения электрическим током. Ряд веществ, с которыми приходится работать в лаборатории, обладают пожаро- или взрывоопасными свойствами. Одной из распространенных операций в технике лабораторных работ является нагревание, что сопряжено с возможными термическими ожогами.

Многие химические процессы проводятся под давлением или вакуумом, что может привести к разрыву стеклянных установок. При небрежной работе со стеклянной химической посудой существует большая вероятность получения порезов.

Для снижения отрицательного влияния физических факторов на человека перед началом работы необходимо тщательно проверить исправность лабораторного оборудования, приборов, приспособлений, наличие химически стойкой изоляции проводов и защитного заземления, а также целостность стеклянной посуды.

Запрещается работать на неисправном оборудовании, как и со стеклянной посудой с трещинами или изъянами. Для нагрева в лаборатории разрешается применять электроприборы с закрытой спиралью. Курение в лаборатории недопустимо из-за возможного инициирования возгорания. Нельзя оставлять без присмотра включенные нагревательные приборы и работающее лабораторное оборудование.

К **химическим опасным и вредным факторам** относится действие химических веществ: токсическое, раздражающее, канцерогенное, му-

тагенное. Воздействие на человека может происходить тремя путями: через дыхательные пути, пищеварительную систему и кожный покров.

Для снижения риска химического воздействия в лаборатории разрешается работать только в полагающейся для каждого вида работ спецодежде. Для исключения возможного внесения в организм вредных и ядовитых веществ в лаборатории запрещается хранить и принимать пищу, как и использовать лабораторную посуду в этих целях, а также курить.

При работе с химическими реактивами в воздух поступают пары, газ или пыль, которые могут обладать ядовитыми или раздражающими свойствами. При накоплении в воздухе таких веществ могут возникнуть острые отравления. Для исключения загазованности и возможного отравления опасные химические эксперименты необходимо вести при включенной приточно-вытяжной вентиляции или в вытяжном шкафу.

Психофизические вредные факторы — это физическая нагрузка, монотонность работ, неудобная рабочая поза, нервно-психическая напряженность, интеллектуальная и эмоциональная нагрузка.

Основные правила безопасной работы в лаборатории

1. Работать в лаборатории разрешается только в спецодежде — в хлопчатобумажном халате. Одежда из искусственных волокон может оплавиться под воздействием химических веществ или температуры, что может привести к термическому ожогу.

2. Строго выполнять методику или инструкцию по проведению лабораторной работы. Обращать особое внимание на количество и единицы (объем, масса) применяемых реактивов, а также последовательность их добавления. Выполнение в лаборатории работ, не связанных с заданием, запрещается.

3. На всех склянках с реактивами должны быть этикетки с указанием названия реактива, его концентрации и чистоты. Не использовать реактивы без этикеток.

4. Любое химическое вещество таит в себе потенциальную опасность, поэтому перед проведением опытов необходимо изучить свойства применяемых исходных реактивов, промежуточных веществ и конечных продуктов, ожидаемых в результате проводимого химического процесса.

5. Не испытывать неизвестное вещество на вкус (оно может быть высокотоксичным) или на ощупь (можно получить химический ожог).

6. Проверять запах вещества, не наклоняться над сосудом, не вдыхать пары или газы, а направлять их к себе движением руки.

7. Работать с ядовитыми, вредными веществами при плохой или недостаточной вентиляции недопустимо. Работу с сильно ядовитыми, вредными веществами, с концентрированными кислотами и щелочами, с легколетучими соединениями проводить только в вытяжном шкафу.

8. При выполнении опасных работ в лаборатории должно находиться не менее 2 человек. При несчастном случае с одним второй должен оказать быструю помощь, принять меры к ликвидации аварии (обесточить установку, ограничить доступ воздуха, накрыв асбестовым одеялом) или вызвать необходимую службу.

9. Разбавление концентрированных кислот проводить медленным добавлением малых порций кислоты к воде.

10. Принимать и хранить пищу в лаборатории запрещено.

11. Курение в лаборатории недопустимо из-за возможного возгорания и внесения в организм вредных и ядовитых веществ.

12. Сливать в канализацию концентрированные, токсичные, легковоспламеняющиеся и горючие растворы нельзя.

13. После проведения эксперимента вымыть посуду и привести в порядок лабораторный стол. Тщательно вымыть руки. После работы с ядовитыми и токсичными веществами прополоскать рот.

4. ОБОРУДОВАНИЕ ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ. ОРГАНИЗАЦИЯ РАБОЧЕГО МЕСТА

В лаборатории необходимы водопровод, канализация, подводка электрического тока, желательна природного газа и сжатого воздуха. Лаборатория должна быть хорошо освещена (большие окна, потолочное освещение, дополнительные источники света над рабочим местом). Особые требования предъявляются к полу в лаборатории. Пол должен быть ровным, химически и пожаростойким, поэтому в лабораториях чаще всего устраивается пол из керамической плитки.

Основным оборудованием лаборатории являются лабораторные столы, на которых и проводится вся экспериментальная работа. Рабочие поверхности столов должны быть твердыми, стойкими к хими-

ческим реактивам при кратковременном воздействии, к водопоглощению, воздействию высоких температур. Современными покрытиями лабораторных столов являются ламинированные плиты, дюркон (композит из эпоксидных смол), нержавеющая сталь, керамическая плитка, монолитный пластик. Для создания рабочих зон устанавливают пристенные или островные столы, на которые монтируют технологические приставки (возвышающиеся полки для посуды и приборов). Стол должен быть укомплектован розетками и подводом воды.

В каждой лаборатории должна быть хорошая вентиляция. Обязателен вытяжной шкаф для работы с ядовитыми, легколетучими и дурно пахнущими соединениями. Вытяжной шкаф также должен иметь подвод воды и электрического тока.

Для мойки посуды должны быть установлены столы-мойки с глубокими раковинами, оборудованы сушилки для стеклянной посуды.

Аналитические весы должны быть установлены на специальных антивибрационных столах, желательно в отдельной весовой комнате.

Должны быть оборудованы места для хранения химической посуды, сухих реактивов. Для этого можно использовать специальные шкафы, стеллажи или столы с тумбами.

Для хранения легколетучих, вредных или дурно пахнущих веществ (жидкий бром, концентрированные азотная, соляная, серная кислоты и т. п.), а также легковоспламеняющихся веществ (сероуглерод, эфир, бензол и др.) необходимо предусмотреть специальный вытяжной шкаф, в котором не проводятся работы, связанные с нагреванием.

Набор специального оборудования определяется назначением химической лаборатории. Расстановка оборудования в лаборатории осуществляется по принципу «аппаратура стоит – человек двигается». Для установки приборов и оборудования применяются приборные столы.

Общелабораторное оборудование

1. Дистиллятор (перегонный аппарат) для получения дистиллированной воды или бидистиллятор.
2. Нагревательные приборы и оборудование: электроплитка, сушильный шкаф, муфельная печь, баня водяная, баня песочная, колба-нагреватель, термостат.
3. Весы лабораторные (технические, электронные, аналитические).

4. Источник создания вакуума (вакуум-насос).
5. Источник сжатого воздуха (компрессор).
6. Центрифуга (разделение жидкой и твердой фаз).
7. Измеритель давления (манометр).
8. Устройство для перемешивания (мешалка магнитная, электродвигатель с лопастной мешалкой, аппарат для встряхивания).
9. Устройство для охлаждения (холодильник бытовой, кулер).

Аппаратура для изучения свойств и состава веществ

1. Микроскоп (определение формы и размеров кристаллов).
2. Анализатор ситовой (изучение дисперсности сыпучих продуктов).
3. Потенциометр или ионометр (рН-метр) (приборы для определения потенциала электрода, погруженного в исследуемый раствор, с целью определения концентрации ионов электролитов).
4. Кондуктометр (измерение электропроводности растворов с целью изучения физико-химических свойств и определения концентрации электролитов).
5. Нефелометр (измерение интенсивности света, рассеянного дисперсными системами, с целью определения концентрации, размера и формы диспергированных частиц эмульсий, суспензий, различных взвешенных и мутных сред).
6. Рефрактометр (измерение показателей преломления и средней дисперсии неагрессивных жидкостей и твердых тел с целью определения составных частей в двухкомпонентных растворах, концентрации растворов, структуры и свойств химических соединений).
7. Поляриметр (измерение угла вращения плоскости поляризации света оптически активными веществами с целью определения концентрации растворов органических и координационных соединений).
8. Полярограф (снятие полярограмм – кривых зависимости силы тока от напряжения в растворах, способных восстанавливаться под действием электрического тока, для качественного и количественного анализа, в частности для идентификации неизвестного вещества, определения состава и констант устойчивости координационных соединений).
9. Хроматограф (снятие хроматограмм сорбционного разделения для идентификации и количественного определения сложных газовых и жидких смесей).

10. Фотоэлектродетектор (измерение степени поглощения света (интенсивности окраски раствора) для определения содержания окрашенных компонентов в исследуемом растворе).

11. ИК-, ЯМР- или масс-спектрометр (измерение и анализ спектров жидких, твердых и газообразных веществ с целью их идентификации и количественного анализа).

12. Атомно-эмиссионный, атомно-абсорбционный или другой атомный спектрометр (изучение элементного состава, строения вещества).

13. Радиодозиметры (измерение уровня излучения при оценке радиационной безопасности).

5. ДИСТИЛЛИРОВАННАЯ ВОДА. НЕОБХОДИМОСТЬ И СПОСОБЫ ЕЁ ПОЛУЧЕНИЯ

Необходимость применения в химической лаборатории дистиллированной воды обусловлена наличием в водопроводной воде примесей, в частности кальция, магния, железа и других металлов, а также сульфатов, хлоридов и других анионов (рН 6,5–9,5). Присутствие примесей может привести к прохождению параллельных реакций, что скажется на результатах химического анализа, приведет к образованию нежелательных соединений и исказит ход эксперимента. Дистиллированная вода имеет рН 5,4–6,6, ею споласкивают посуду перед экспериментом, готовят на ее основе растворы.

Для получения очищенной воды в лаборатории используется перегонка (дистилляция). Для получения воды в больших количествах существуют перегонные кубы – дистилляторы. Такой аппарат является обязательным для любой лаборатории.

На рис. 1 изображен дистиллятор бытовой.

Для более глубокой очистки применяют двойную дистилляцию, т. е. получают бидистиллят. Для этих целей перегоняют дистиллированную воду или применяют специальные аппараты – бидистилляторы.

Существуют установки для получения деминерализованной воды, очистка в которых осуществляется пропусканием воды через ионитовые фильтры, содержащие катиониты и аниониты. По качеству деминерализованная вода соответствует бидистилляту.

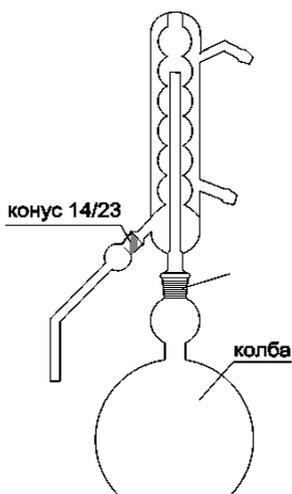


Рис. 1

Для очистки воды от органических соединений применяют аппараты апиrogenной очистки, в которых осуществляется перегонка воды в присутствии марганцевокислого калия, окисляющего органические соединения. Такая вода называется апиrogenной.

6. ВИДЫ И НАЗНАЧЕНИЕ СТЕКЛЯННОЙ ПОСУДЫ. ПЛАСТИКОВАЯ ПОСУДА

По своему назначению химическая посуда делится на посуду общего и специального назначения.

Посуда общего назначения должна быть в любой лаборатории, она предназначена для выполнения разнообразных работ.

Пробирки – узкие цилиндрические сосуды с закругленным дном. Различаются по диаметру, высоте и материалам. Применяются для проведения аналитических и микрохимических работ. Кроме того, существуют также градуированные и центрифужные конические пробирки.

Химические стаканы – тонкостенные цилиндрические емкости высокие (В), низкие (Н) с носиком (1) или без носика (2) вместимостью от 5 мл до 5 л из разных материалов. Стаканы применяются для переливания жидкостей, приготовления растворов, в качестве приемников в разных установках.

Колбы – конические (**Эрленмейера**) находят широкое применение при аналитических работах. Бывают с носиком или без, с узким или широким горлом под резиновые или притертые пробки.

Колба Бунзена – коническая колба с верхним тубусом из толстого стекла предназначена для фильтрования под вакуумом (рис. 2). При фильтровании большого количества жидкости удобнее пользоваться колбами Бунзена с нижним краном.

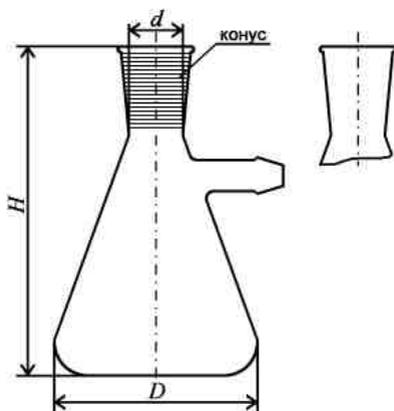


Рис. 2

Воронки лабораторные (В) служат для переливания жидкостей. Воронки могут иметь диаметр от 25 до 250 мм, диаметр отводящей трубки – от 6 до 30 мм, высота – от 38 до 345 мм. Воронки для фильтрования (ВФ) имеют угол 60° и срезанный углом длинный конец. Для ускорения фильтрования применяются воронки с ребрами (ВР). Существуют воронки для порошков (ВП).

Для фильтрования под вакуумом применяются стеклянные воронки с плавленым пористым фильтром (**воронки Шотта**).

Холодильники – приборы для охлаждения и конденсации паров. Различают прямые (Либиха) – трубка в трубке – и обратные (обеспечивают возврат паров в реактор). Обратные холодильники бывают с внутренними трубками шариковыми (Аллина), змеевиковыми и других форм. Обратные холодильники устанавливают в вертикальном положении, прямые – наклонно. Холодильники поставляются следующих типов: **ХПТ** – с прямой трубкой (Либиха); **ХШ** – шариковые; **ХСН** – спиральные; **ХСВО** – спиральные с внутренним охлаждением обратимые;

ХСВ – спиральные с внутренним охлаждением; ХСД – спиральные с внутренним и наружным охлаждением (Димрота); ХП – пальчиковые.

На рис. 3 показаны *холодильник прямоточный ХПТ (Либиха) и обратные холодильники шариковый (Аллина) и спиральный.*

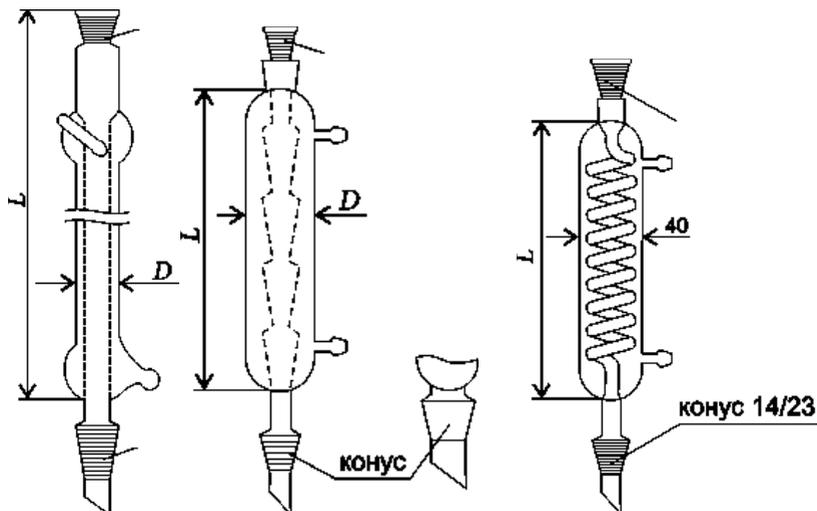


Рис. 3

Дефлегматор – насадка для фракционной перегонки с развитой внутренней поверхностью (рис. 4). Бывают шариковые, елочные, заполненные стеклянными бусами (насадка Гемпеля), кольцами, металлическими сетками, спиралями.

Водоструйные насосы предназначены для создания вакуума с помощью струи воды. На рис. 5 изображен водоструйный насос Ветцеля.

Кристаллизаторы – тонкостенные стеклянные плоскодонные сосуды различных диаметров и емкости (диаметр всегда больше высоты). Применяют для кристаллизации веществ, иногда при выпаривании. Нагревать кристаллизаторы можно только на водяной бане.

Посуда специального назначения применяется для выполнения одной операции.

Круглодонные колбы – применяются для нагрева жидкостей. Колбы бывают разнообразной емкости – от 50 мл до 10 л, со шлифом на горле или без него. Некоторые колбы имеют короткое, но широкое горло. Колбы могут иметь 1, 2, 3 или 4 горловины. Для нагрева таких колб существуют колбонагреватели с углублением разного диаметра.

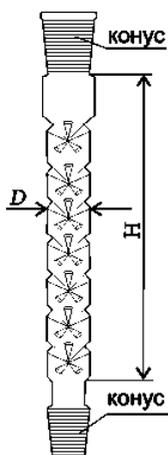


Рис. 4.

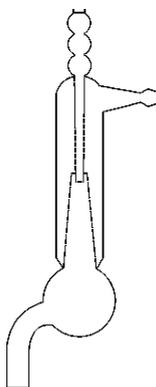


Рис. 5

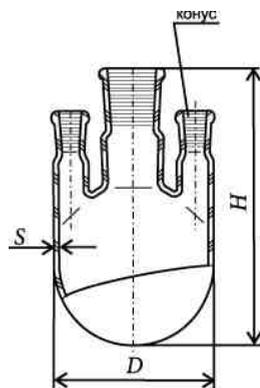


Рис. 6

На рис. 6 показана трехгорловая круглодонная колба.

Колба Кьельдаля имеет грушевидную форму и узкое горло, ее изготавливают из термостойкого стекла, применяют для определения азота по Кьельдалю.

Колба Вюрца — специальная колба с длинным боковым отводом под углом для перегонки жидкостей (рис. 7). Трубка может быть расположена на различном расстоянии от шарообразной части колбы.

Насадка Кьельдаля — часть аппарата перегонки, служит каплеуловителем (рис. 8). Нижний конец вставляется в сосуд с перегоняемой жидкостью, а верхний соединяется с холодильником.

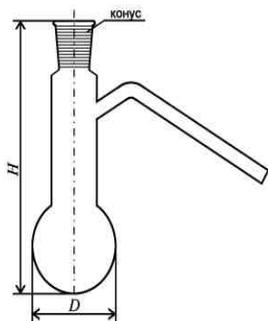


Рис. 7

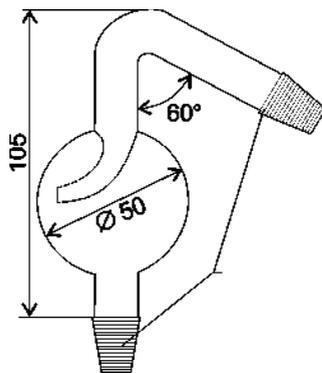


Рис. 8

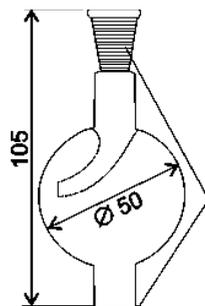


Рис. 9

Каплеуловители предназначены для улавливания капель, уносимых парами кипящей жидкости (рис. 9).

Колбы Клайзена (рис. 10) применяют при перегонке в вакууме. Они могут быть обычными (а) или с дефлегматором (б). Для перегонки небольшого количества жидкости применяют грушеобразную колбу (в).

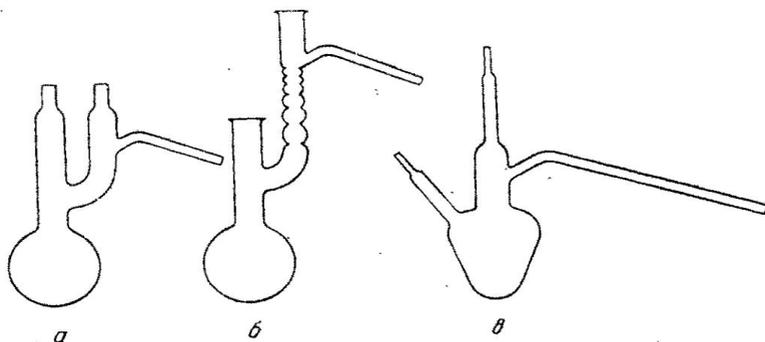


Рис. 10

Аллонж – изогнутая стеклянная трубка, применяется для соединения холодильника с приемной колбой при перегонке (рис. 11). Для перегонки под вакуумом применяется аллонж с дополнительным отрезком (рис. 12).

Элементы соединительные предназначены для сборки лабораторных приборов, аппаратов и установок. Поставляемые соединительные элементы – стеклянные трубки прямые и изогнутые, двух-, трехрогие насадки – собираются на взаимозаменяемых конусах.

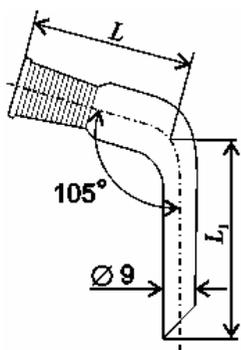


Рис. 11

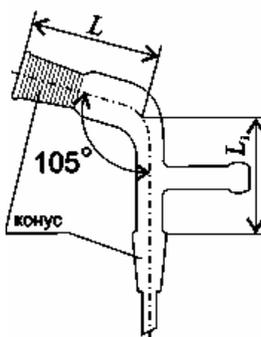


Рис. 12

Переходные оливы – стеклянные трубки, на концах которых сделан ряд утолщений с убывающим диаметром, предназначены для соединения резиновых трубок различного диаметра.

Делительные воронки (ВД) служат для разделения несмешивающихся жидкостей (рис. 13), имеют цилиндрическую или грушевидную форму (ВД-3). В большинстве случаев имеют конус сверху (ВД-1) и притертую пробку. Слив осуществляется через стеклянный притертый кран. После краника может быть дополнительный конус для установки в емкость с притертым входом (ВД-2). Емкость делительных воронок от 50 мл до 2 литров.

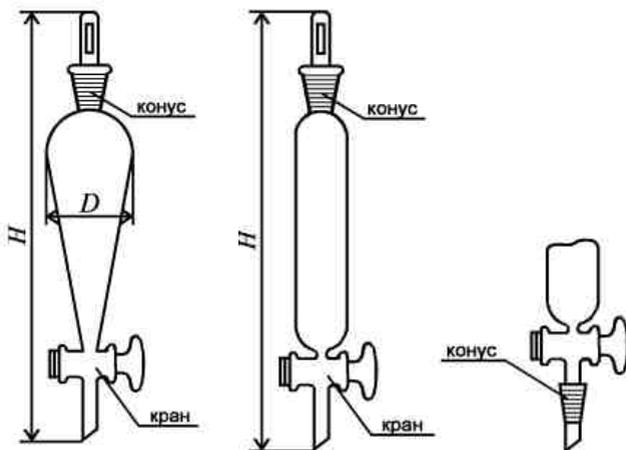


Рис. 13

Капельные воронки (ВК) отличаются от делительных тем, что они более легкие, тонкостенные и имеют длинную сливную трубку. Применяются для дозирования в реакционную массу жидкостей маленькими порциями, выпускаются вместимостью 100, 250 и 500 мл.

Капельницы – сосуды для жидкостей, расходуемых по каплям. Это может быть сосуд маленького объема, в пробку которого вставляют маленькую пипетку, снабженную резиновым баллончиком, или же в пробку вставляют оплавленную стеклянную палочку.

Капельница с клювиком (Шустера) показана на рис. 14, служит для капельного дозирования растворов, например индикаторов.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) предназначены для взвешивания и хранения веществ при лабораторных работах. Бюксы различаются по высоте и диаметру. Общий вид бюкса показан на рис. 15.

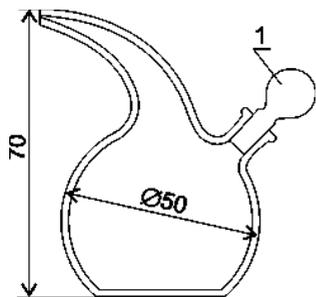


Рис. 14

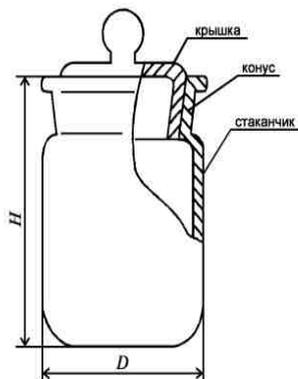


Рис. 15

Насадка для аппарата Сокслета предназначена для проведения процессов экстракции (извлечения) определенных компонентов из смеси жидких или твердых веществ (рис. 16). Насадки поставляются следующих типов: НЭТ – для экстрагирования твердых веществ; НЭТВ – для экстрагирования твердых веществ с вкладышем.

Эксикаторы предназначены для высушивания веществ при комнатной температуре и для хранения реагентов, легко поглощающих влагу из воздуха (рис. 17).

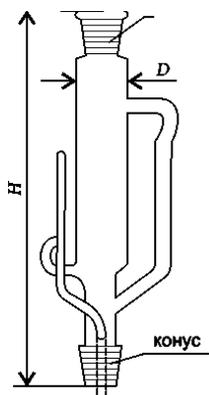


Рис. 16

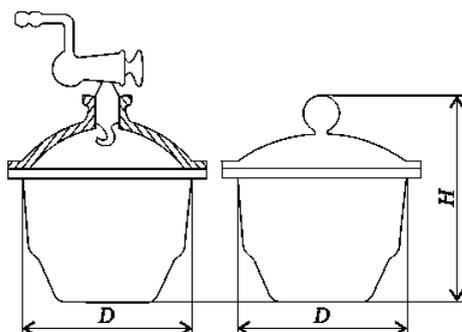


Рис. 17

Различают два вида эксикаторов — обыкновенные и вакуум-эксикаторы. Вакуум-эксикаторы имеют отвод для подключения к вакуум-насосу.

Склянка с насадкой (Дрекселя) (рис. 18), *склянка Вульфа* (цилиндрическая емкость с двумя или тремя горлами) служат для промывки и очистки газов.

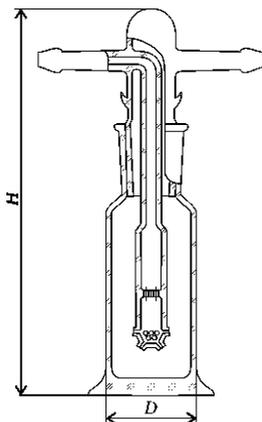


Рис. 18

По показателям химической и термической стойкости стекла подразделяются на четыре группы:

ХС-2 — химически стойкое стекло 2-го класса;

ХС-3 — химически стойкое стекло 3-го класса;

ТХС — химически и термически стойкое стекло;

ТС — термостойкое стекло.

Максимальную температуру выдерживает стекло ТХС — 650°C, остальные не выше 590°C.

Полипропилен обладает высокой химической стойкостью к сильным концентрированным и разбавленным кислотам, щелочам, альдегидам, алифатическим спиртам, а также ограниченной устойчивостью к галогензамещенным углеводородам, простым и сложным эфирам, кетонам, ароматическим углеводородам. Выдерживает температуру от -10° до +135°C и стерилизацию при 121°C в течение 10 минут.

Виды посуды из полипропилена: стаканы емкостью от 50 до 1000 мл со шкалой и без; мензурки с ручкой объемом от 500 до 2000 мл; цилиндры 100, 250 и 500 мл; воронки вместимостью от 25 до 200 мл.

Посуда из фторопласта

Фторопласт превосходит по химической стойкости платину, графит, кварц и другие материалы. Устойчив к действию сильных окислителей, восстановителей, органических растворителей. Разрушается расплавленными или растворенными в жидком аммиаке щелочными металлами, а также (при 150° С) газообразным фтором и трехфтористым хлором. Не изменяется в воде, жидких топливах и маслах, физиологически инертен, нестойк к радиации.

Фторопласт-4 изготавливается из порошка методом изостатического и компрессионного прессования с последующей термической и механической обработкой. Рабочий диапазон от -260 до +260° С.

Изделия толстостенные с толщиной стенки от 2 до 6 мм, белые и непрозрачные. Из фторопласта-4 изготавливают стаканы с навинчивающейся крышкой, стаканы с носиком объемом от 50 до 1000 мл, бюксы (50 мл), колбы (объемом 50, 100 и 150 мл), пробирки, чашки выпаривательные, воронки.

Фторопласт-4МБ изготавливается методом экструзионно-выдувного формования. Изделия тонкостенные полупрозрачные. Рабочий диапазон от -196 до +200° С. Из фторопласта-4МБ изготавливают пробирки, мерные цилиндры (50, 100, 150 мл), мензурки (25, 100 и 250 мл), колбы конические (100 мл), колбы длинногорлые 25 и 50 мл.

7. СТЕКЛЯННАЯ МЕРНАЯ ПОСУДА

Пробирки мерные используются для отмеривания определенных объемов жидкостей при проведении лабораторных работ (рис. 19). Объем от 5 до 25 мл под пробку или со шлифом.

Колбы мерные используются для отмеривания определенных объёмов жидкостей (от 5 мл до 2 л) при проведении лабораторных работ (рис. 20).

Колбы мерные выпускаются в следующих исполнениях: с одной отметкой без пробки; с одной отметкой и пришлифованной пробкой; с одной отметкой и пластмассовой пробкой; с двумя метками без пробки; с двумя метками и пришлифованной пробкой; с двумя метками и пластмассовой пробкой.

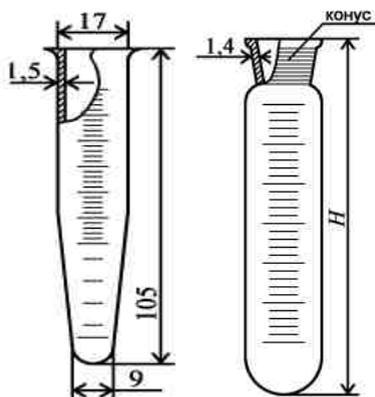


Рис. 19

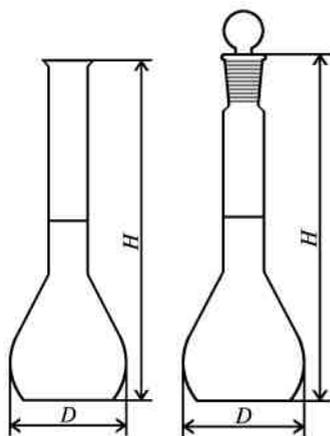


Рис. 20

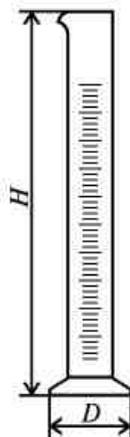


Рис. 21

Цилиндры – сосуды с нанесенными на наружной стенке делениями (рис. 21), предназначены для отмеривания определенных объемов жидкостей при проведении лабораторных работ. Цилиндры выпускаются в четырех исполнениях: цилиндр с носиком; цилиндр со стеклянной пробкой; цилиндр с пластмассовой пробкой; цилиндр с носиком и пластмассовым основанием; цилиндр с пластмассовой пробкой и пластмассовым основанием. Кроме цилиндров для этой же цели применяют **мензурки** – сосуды конической формы, на стенках которых имеются деления.

Пипетки служат для точного отмеривания определенного объема жидкости. Пипетки могут быть прямыми или с расширением (рис. 22). Небольшие прямые пипетки от 1 до 10 мл выпускаются градуированными с делениями 0,1 мл. Пипетки с одной меткой (пипетки Мора) выпускаются прямые на 1, 2 мл и с расширением на 1–200 мл.

Бюретки предназначены для точной дозировки жидкостей при проведении лабораторных работ (рис. 23). Выпускаются в следующих исполнениях: с одноходовым краном; с одноходовым боковым краном; без крана (с оливой); с двухходовым краном; с двухходовым краном и автоматическим нулем.

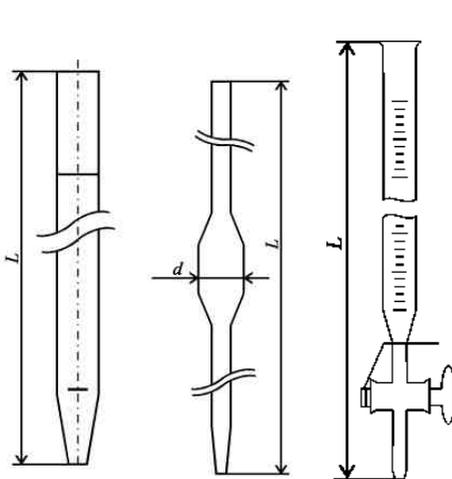


Рис. 22

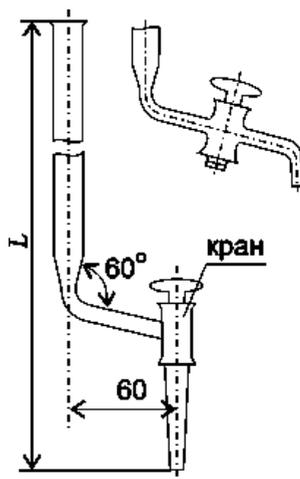


Рис. 23



Рис. 24

Существуют приборы (*дозаторы*) – автоматические пипетки емкостью 1–10 мл, которые предназначены для отмеривания жидкостей. Могут поставляться как в комплекте со склянкой (рис. 24), так и без неё. Пипетка может устанавливаться с помощью резиновой пробки или шлифа. Для заполнения пипетки сосуд с раствором наклоняют так, чтобы жидкость вливалась в пипетку через внутреннее отверстие. Затем сосуд приводят в первоначальное положение, избыток сливается обратно в сосуд. Отмеренный объем сливают через сливное отверстие.

8. ВИДЫ И НАЗНАЧЕНИЕ ФАРФОРОВОЙ И ВЫСОКООГНЕУПОРНОЙ ПОСУДЫ

Фарфоровая химическая посуда обладает высокой механической прочностью, химической и термической стойкостью, непроницаема для воды и газа. Выпускаются *стаканы* вместимостью от 25 до 4000 мл, *кружки* от 250 до 2000 мл (рис. 25), *выпаривательные чашки* вместимостью от 25 до 2000 мл (рис. 26).

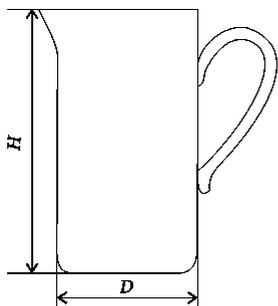


Рис. 25

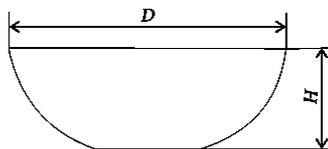


Рис. 26

Из фарфора изготавливают *тигли* высокие и низкие, крышки к тиглям, *лодочки* для сжигания, *ложки*, *шпатели*, *ступки и пестики* для измельчения, *барабаны и шары* для мельниц.

Воронки Бюхнера (рис. 27) для фильтрования также изготавливают из фарфора. Они различаются по диаметру, высоте и количеству отверстий на фильтрующей поверхности.

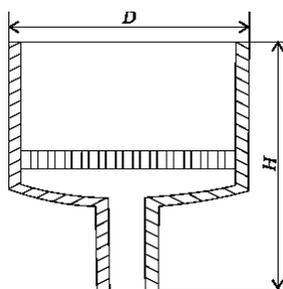


Рис. 27

Посуда из стеклоглерида используется в высокотемпературных процессах в бескислородной атмосфере, в том числе и в агрессивных средах. Обладает изотропностью свойств, практически газонепроницаема. Максимальная рабочая температура в инертной среде и вакууме — 2000°С, в воздушной среде — 500°С. Из стеклоглерида выпускают тигли, крышки к ним, выпаривательные чашки.

В тех случаях, когда требуется нагревание до температуры, превышающей 1200°С, следует пользоваться тиглями из высокоогнеупорных материалов (кварц, графит, корунд, алунд, шамот, карбиды металлов). Из **кварца** изготавливают колбы всех видов, пробирки, стаканы, выпаривательные чашки и пр. Кварцевые изделия можно нагревать до температуры 1200°С даже под вакуумом, так как кварц плавится при 1600–1700°С. Кварцевую посуду нельзя применять при работе с фторводородной кислотой и щелочами, так как кремнезем с ними реагирует.

9. МЕТАЛЛИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ. СОЕДИНИТЕЛЬНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ ДЛЯ СБОРА УСТАНОВОК

В лаборатории для сбора установок широко применяется разнообразное металлическое оборудование, преимущественно стальное.

Основой при сборке различных установок является штатив, который представляет собой стержень, укрепленный на тяжелой стальной подставке, имеющей форму прямоугольника. Для закрепления на штативе бюреток, холодильников, колб, воронок и т. п. существует множество держателей в виде лапок, колец, вилок и муфт различной величины. Лапки имеют раздвижные губы, которые обычно покрыты

пробкой. Если пробковая прослойка отсутствует, на губы необходимо натянуть куски резиновой трубки.

Поскольку при сборке установок используют резиновые шланги, в лабораторной практике широко используются зажимы. Принципиально они могут быть двух типов: винтовые (например, Гофмана) и пружинные (например, Мора или Боринца).

Для работы с тиглями при установке или выемке из электрических печей существуют тигельные щипцы или ухватки. Нагревание пробирок ведут с помощью металлического держателя с деревянной ручкой. Существуют держатели для фарфоровых чашек и стаканов.

Для взятия небольших предметов или для того, чтобы не касаться руками опасных веществ или точных предметов (например, разновесов при взвешивании), используют пинцеты.

Из металлов (медь, чугун, сталь, серебро, платина и ее сплавы, золото) изготавливают тигли, чашки для химических анализов и исследовательских работ. Ступки металлические в большинстве случаев бывают латунными или медными, но измельчать в них можно только те вещества, которые не действуют на металл ступки.

В лабораторной практике часто приходится пользоваться инструментами (ножи, ножницы, напильники, плоскогубцы, молоток и др.).

10. НЕОБХОДИМОСТЬ И СПОСОБЫ МЫТЬЯ ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ

Химическая посуда должна быть совершенно чистой, поскольку наличие загрязнений может привести к искаженным результатам при выполнении точных аналитических исследований, изменить ход протекания реакции и привести к нежелательным последствиям, вплоть до взрыва или воспламенения. Каждый работающий в лаборатории должен уметь мыть химическую посуду. Стеклоянная посуда считается чистой, если на ее стенках не образуются отдельные капли и вода при сливе оставляет равномерную тончайшую пленку.

Если посуда не загрязнена смолой, жировыми и другими не растворяющимися в воде веществами, ее можно мыть *теплой водой*. Если на стенках остается налет каких-либо солей или осадок, то посуду предварительно очищают *механически* — *ершиком или щеткой*.

Физические методы сушки. Для удаления жировых загрязнений применяют способ мытья посуды *струей пара*. Способ очень эффективен, но требует минимум 1 час времени и специальной установки для создания направленной струи пара.

Для мытья посуды могут быть использованы все **вещества, обладающие поверхностно-активными свойствами** (мыло, синтетические моющие средства, моющие глины и пр.). При мытье посуды водой с моющими средствами полезно поместить в колбу кусочки чистой фильтровальной или другой мягкой бумаги. При встряхивании колбы бумага будет механически удалять загрязнения со стенок. Недопустимо применять для чистки стеклянной посуды песок, так как он царапает стекло и посуда при нагревании может треснуть или лопнуть.

Химические методы сушки. Для удаления смолистых и других органических веществ, которые не растворяются в воде, применяют **органические растворители**: диэтиловый (серный) эфир, ацетон, спирты, бензин, скипидар, четыреххлористый углерод и др. Для мытья посуды применяют и пары органических веществ.

Существуют химические методы, которые основываются на окислении загрязнений. Достаточно часто применяют мытье посуды **хромовой смесью**. Для ее приготовления в концентрированную серную кислоту добавляют 5% (от массы серной кислоты) размельченного в порошок двуххромового кислого калия и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения.

При мытье хромовой смесью посуду споласкивают сначала водой, затем наливают слегка подогретую хромовую смесь до 1/3–1/4 объема сосуда, осторожно и медленно смачивают стенки. После этого смесь сливают, стараясь смочить часть посуды у края. Посуду оставляют стоять несколько минут, затем моют теплой водой и ополаскивают дистиллированной. Хромовая смесь служит долго, но изменение ее цвета из темно-оранжевого в темно-зеленый служит признаком ее непригодности для дальнейшего мытья посуды. Хромовая смесь сильно действует на кожу и одежду, поэтому работать с ней надо очень осторожно.

Хорошим средством для мытья посуды является **4%-й раствор марганцевокислого калия**, слегка подкисленный серной кислотой и подогретый. Раствор повторно не используется. Для удаления бурого налета

посуду споласкивают 5%-м раствором кислого сернокислого натрия, после чего моют водой.

Для мытья посуды применяют *смесь Комаровского*, состоящую из равных объемов 6N раствора соляной кислоты и 5–6%-го раствора перекиси водорода. Смесь эффективна, особенно при подогреве, и не выщелачивает стекло. Ее можно использовать многократно.

Посуду, загрязненную смолистыми веществами, можно мыть *концентрированной серной кислотой или концентрированными растворами щелочей* (натрия или калия). Продолжительность обработки может быть от нескольких минут до нескольких часов при периодическом встряхивании до полного растворения смолистых загрязнений.

Наилучший результат можно получить при смешанном способе мытья посуды. Вымытая тем или иным способом посуда несколько раз ополаскивается водопроводной водой, а затем 2–3 раза дистиллированной.

11. НЕОБХОДИМОСТЬ И СПОСОБЫ СУШКИ ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ

Если тщательно вымытая химическая посуда предназначена для дальнейшей работы с водными растворами, то ее можно не сушить. В этом случае достаточно вытереть посуду с наружной стороны чистым полотенцем или фильтровальной бумагой, так как мокрая посуда может легко выскользнуть из рук.

Когда эксперимент необходимо проводить при отсутствии следов влаги (многие органические реакции), нужна сухая посуда. Самым распространенным способом сушки является холодный. При холодной сушке вымытую посуду надевают на колышки специальной доски, которую укрепляют над раковиной, или сушат на столе, покрытом фильтровальной бумагой. Иногда посуду сушат струей воздуха с помощью воздуходувки или груши.

Вытертую снаружи посуду ополаскивают спиртом, а затем диэтиловым (серным) эфиром. Пары эфира удаляют продувкой холодным воздухом. Остатки спирта и эфира сливают отдельно для последующей регенерации.

Для защиты вымытой посуды от загрязнения веществами, содержащимися в воздухе, мелкую стеклянную посуду высушивают в ваку-

ум-эксикаторе, заполненном силикагелем или другими твердыми водопоглощающими веществами, но не серной кислотой.

Для ускорения сушки применяют методы горячей сушки: обдув горячим воздухом, сушка над электроплиткой или коптящим «холодным» пламенем горелки. Нагревание посуды следует вести осторожно, все время поворачивая ее. Мерную посуду нагревать на пламени нельзя.

Быстро высушить посуду можно в сушильном шкафу при 80–100 °С. Посуду ставят в шкаф, предварительно удалив воду. После сушки посуду сразу применять нельзя. Сначала ей нужно дать остыть.

12. НАГРЕВАНИЕ. ПРИБОРЫ И ОБОРУДОВАНИЕ, ДИАПАЗОНЫ ИХ НАГРЕВА И ПРЕДНАЗНАЧЕНИЕ

Нагревание является наиболее распространенной операцией в лабораторной практике. Растворение, высушивание, кристаллизация, перегонка, возгонка, синтез, определение температуры плавления или кипения в большинстве случаев требуют нагревания. Поэтому так важно иметь ясное представление об особенностях источников нагрева. В лабораторных условиях при нагревании используют пламя газовой горелки или электрический ток.

Газовый обогрев осуществляется либо непосредственным контактом пламени горелки с нагреваемым объектом, либо с применением соответствующего теплопередатчика. Газовые горелки являются достаточно простыми устройствами, но при этом позволяют легко регулировать размер пламени. Газовые горелки дают коптящее, светящееся пламя («холодное») и несветящееся («горячее»). В зависимости от конструкции горелки в пламени горелки температура может составлять от 300 до 1775 °С. Для обеспечения равномерности нагрева существуют разнообразные насадки к газовым горелкам.

В основном требуется нагрев до 300 °С, поэтому при нагреве применяют различные теплопередатчики – так называемые «бани». Бани бывают воздушные, жидкостные (в том числе водяные, соляные, масляные, металлические), а также песочные. Бани следует применять и в тех случаях, когда процесс необходимо вести при строго определенной температуре, например при перегонке в вакууме или в высоком вакууме. Ниже даны предельные температуры нагрева бань в °С:

Водяные	98	Глицериновые	220	Серная кислота	250
Парафин	300	Нефтяные масла	300	Воздушные	300
Смесь 60% H_2SO_4 и 40% K_2SO_4			325	Песочные	400
Смесь 55% KNO_3 и 45% $NaNO_3$			600	Сплавы металлов	600

При отсутствии газа для проведения кратковременного нагрева применяют спиртовки, работающие на жидком горючем (спирт, бензин).

Широкое распространение для нагрева получили электроплитки, которые отличаются как материалом нагревательных элементов, так и самыми различными конструктивными особенностями. Например, существует электроплитка, совмещенная с магнитной мешалкой. Верхняя панель плитки может иметь одно углубление для установки круглодонных колб – колбонагреватель или несколько отверстий для установки нескольких пробирок – термоблок. Верхняя часть плитки может быть выполнена в виде платформы, куда легко устанавливаются несколько стаканов для одновременного нагрева. На электроплитку можно установить одну из перечисленных выше бань, или же баня может иметь свой электроподогрев.

Преимуществом электрообогрева является возможность точного регулирования силы тока и легкость достижения равномерного обогрева значительной площади нагреваемого объекта. В настоящее время предлагаются разнообразные термостаты, которые обеспечивают поддержание температуры в строго заданном диапазоне.

Электрические сушильные шкафы обеспечивают равномерную температуру во всем рабочем объеме шкафа и имеют встроенные регуляторы температуры. Сушильные шкафы могут быть рассчитаны на работу под атмосферным давлением или под вакуумом.

Термостаты, плитки, колбонагреватели, электрические бани, а также сушильные шкафы применяются для ведения нагрева в диапазоне температур от 30 до 400°C. Для работы при более высокой температуре (до 1500°C) применяют электропечи: трубчатые, тигельные, муфельные, которые также оснащены регуляторами температуры.

Для очень слабого нагрева иногда целесообразно использовать в качестве нагревательного элемента электрическую лампу, встроенную в кожух. Безопасны инфракрасные лампы, позволяющие вести нагревание до 400°C.

Таблица 1

Характеристика нагревательных приборов и оборудования

Температурный диапазон, до °С	Название прибора	Тип	Назначение	Габариты, мм
25–100	Термоблок	ППЭ-4М	Термостатирование при подготовке проб	Одновременная установка 15 пробирок
150	Циркуляционный термостат с баней	LAUDA, класс М	Термостатирование при различных лабораторных работах	Объем бани от 2,5 до 26 л
300	Циркуляционный термостат с баней	LAUDA, класс С, К	Термостатирование при различных лабораторных работах	Объем бани от 4 до 50 л
50–350	Нагревательная платформа	ПМД 6002	Одновременный нагрев большого количества проб	Площадь нагрева 475×575
350	Сушильный шкаф	СНОЛ 3,5-3,5/3,5-И1(И4)	Сушка различных материалов	600×675×620
400	Колбонагреватель	ПЭ-4050	Нагрев жидкостей в круглодонных колбах 200, 250, 500 и 1000 мл	280×280×100(120)
1100	Электрическая (муфельная) печь	СНОЛ 1,6. 2,5. 1/11-И3	Термообработка при химических анализах	440×625×610
1250	Электрическая (трубчатая) печь	СУОЛ 0,25.1/12,5-И2	Термообработка при химических анализах	350×510×475
1500	Электрическая (камерная) печь	СНОЛ 1,6. 2,5 1,4/15-И2	Термообработка при химических анализах	440×525×610

Включать нагревательные приборы можно только в ту сеть, вольтаж которой соответствует вольтажу прибора. Ставить электроприборы на деревянную поверхность стола нельзя, а только на теплоизоляционный слой (асбест, шамот и др.).

13. Техника охлаждения

Процесс охлаждения широко применяется в лабораторной практике. Например, охлаждение необходимо при конденсации паров. Для этих целей используются разнообразные холодильники (см. раздел 6), в которых охлаждение ведется проточной водой. При отгонке растворителя применяют прямые или нисходящие холодильники, удобнее всего холодильник Либиха, состоящий из длинной стеклянной трубки (форштоса), пропущенной через стеклянную рубашку.

Если проводят реакцию при температуре кипения реакционной смеси, но без отгонки, то для конденсации образующихся паров и возвращения конденсата в реакционный сосуд пользуются обратными, или восходящими холодильниками (чаще всего шариковым Аллина).

При перегонке жидкостей, кипящих выше 120°C , пользуются воздушными холодильниками. Это обыкновенная стеклянная трубка, которая охлаждается окружающим воздухом.

Охлаждение применяется при кристаллизации солей из растворов, которое ведут под струей проточной холодной воды или в смеси воды со льдом.

В лабораторных условиях иногда требуется вести процесс при температурах ниже 0°C . В этом случае применяют охлаждающие смеси (лед с поваренной солью до -21°C ; спирт этиловый со снегом до -30°C , хлористый кальций со снегом до -55°C , сухой лед (углекислота) с ацетоном до -78°C). Соли, используемые для солевых смесей, должны быть тщательно измельчены в порошок, а вся смесь хорошо перемешана.

Чтобы возможно дольше поддерживать достигнутую в охлаждающей смеси температуру, необходимо тщательно изолировать сосуд со смесью от окружающего более теплого воздуха. Для этого используют теплоизолирующие материалы — асбест, войлок, вату.

Сильно охлаждающие вещества, такие как смеси диоксида углерода с растворителями, целесообразно хранить в сосудах Дьюара. Эти сосуды имеют двойные стенки, а из пространства между стенками воздух эвакуирован. Известно, что безвоздушное пространство практически не обладает теплопроводностью. Часто дьюаровские сосуды посеребрены, что улучшает термоизоляцию, но делает сосуд непрозрачным.

Для достижения очень низких температур применяют сжиженный азот (температура кипения $-195,8^{\circ}\text{C}$), который хранят в сосудах Дьюара.

ра из стекла или металла. Сосуд, заполненный жидким газом, нельзя плотно закрывать твердой, непроницаемой для газа пробкой. Наполненный газом сосуд очень чувствителен к механическим воздействиям, это необходимо учитывать при его перевозке.

Наполнение стеклянных сосудов Дьюара жидкими газами связано с опасностью взрыва, поэтому необходимо пользоваться защитными очками или защитной ширмой из оргстекла. Вначале в сосуд наливают незначительное количество жидкого газа и ждут, когда движение жидкости на дне прекратится. Затем легкими кругообразными движениями сосуда Дьюара добиваются, чтобы вся внутренняя стенка сосуда постепенно охладилась до низкой температуры, и проводят дальнейшее наполнение.

Для решения специальных задач с экстремальными требованиями по температурному интервалу или точности поддержания температуры применяют охлаждающие термостаты, например марки Ultra-Kryomat.

Охлаждающие термостаты позволяют работать при температурах до -90°C . Нагнетательно-всасывающий насос поддерживает постоянный уровень жидкости и может обеспечить дополнительную работу с внешними открытыми банями.

Выпускаются проточные и погружные охладители, которые при подключении во внешний контур могут превратить любой нагревательный термостат в охлаждающий. В качестве рабочей жидкости используются смесь этиленгликоль – вода с ингибиторами (до -30°C), водные растворы солей (до -40°C), полидиметилфенилсилоксан (до -50°C), полидиметилсилоксан (до -90°C).

14. ТЕРМОМЕТРЫ РАЗНОГО НАЗНАЧЕНИЯ. ПРАВИЛА РАБОТЫ С ТЕРМОМЕТРАМИ

Для фиксирования температуры применяют термометры. Температура по Международной практической шкале выражается в градусах Цельсия – ($^{\circ}\text{C}$). В химической лаборатории чаще всего применяются дилатометрические термометры, принцип действия которых основан на изменении объема рабочего тела (преимущественно жидкости) с изменением температуры.

В качестве рабочего тела применяют следующие жидкости:

- ртуть, интервал температур от -30 до $+550^{\circ}\text{C}$;
- этиловый спирт, интервал температур от -65 до $+65^{\circ}\text{C}$;
- толуол, интервал температур от -90 до 0°C ;
- пентан, интервал температур от -180 до $+20^{\circ}\text{C}$.

Органические жидкости бесцветны, поэтому при заполнении термометров их подкрашивают органическими красителями красного или синего цвета. Известны термометры для высоких температур, содержащие вместо ртути сплав натрия с калием или другие легкоплавкие металлы.

В химической лаборатории широко применяются ртутные термометры, которые бывают двух типов – массивные (палочные) и трубчатые с впаянной шкалой молочного стекла. Последние более точны. Диапазон измерения ртутными термометрами ограничен температурой замерзания ртути (-39°C) и температурой кипения ртути (357°C).

Для измерения температуры выше 360°C пользуются специальными ртутными термометрами, в которых пространство над ртутью наполнено диоксидом углерода или азотом под давлением. Такие термометры позволяют измерять температуру при постепенном нагреве до 720°C .

Термометры отличаются диапазонами измерения температуры, общей длиной и ценой деления. Так, термометры лабораторные ТЛ-2 стеклянные ртутные с вложенной шкалой из молочного стекла предназначены для определения температуры в лабораторных условиях в диапазоне $-30\dots+250^{\circ}\text{C}$ с разбивкой шкалы $-30\dots+70^{\circ}\text{C}$, $0-100^{\circ}\text{C}$, $0-150^{\circ}\text{C}$, $0-200^{\circ}\text{C}$, $0-250^{\circ}\text{C}$, цена деления 1°C , длина от 250 до 320 мм. Термометры ТЛ-4 имеют цену деления 0,1 или $0,2^{\circ}\text{C}$ и предназначены для измерения температур в диапазоне от -30 до $+155^{\circ}\text{C}$, длина термометров 530 ± 30 мм.

Существуют специальные метастатические термометры Бекмана, предназначенные для высокоточного измерения изменения температуры в течение опыта в узком пределе температур ($2-5^{\circ}\text{C}$). Кроме обычной шкалы в верхней части термометра имеется изогнутый капилляр, образующий верхний запасной резервуар, у которого на шкальной пластине расположена вспомогательная шкала. Например, термометр ТЛ-1 позволяет измерить в лабораторных условиях небольшие температурные разности (до 5°C) в диапазоне температур $-20\dots+150^{\circ}\text{C}$.

Термометр стеклянный ртутный ТР-1 изготовлен из массивного капилляра, на который нанесены шкала и оцифровка. Предназначен для высокоточных измерений температуры в лабораторных условиях в диапазоне от 0 до 60°С с разбивкой шкалы на диапазоны по 4°С (0–4, 12–16, 16–20, 56–60). Может использоваться в качестве образцового термометра. Цена деления – 0,01°С.

Термометр ТН-М с наполнителем толуолом предназначен для измерения низких температур нефтепродуктов в диапазоне от -80 до +60°С.

Специальный термометр СП-2П является универсальным и предназначен для измерения температуры в диапазоне от 0 до +200°С. Выпускается в двух вариантах – прямой и угловой (СП-2У). Наполнителем является подкрашенный керосин.

Термометры, предназначенные для измерения температур выше 630°С, называют пирометрами. В качестве пирометров (до 1450°С) применяют чаще всего термоэлектрические термопары, представляющие собой два различных проводника, спаянных одними концами. Термопару обычно помещают в фарфоровый или кварцевый карман. При нагревании спая возникает электродвижущая сила, которая зависит от температуры.

Измерение температур до 1800–2000°С можно вести с помощью радиационных пирометров полного излучения. Принцип действия таких пирометров основан на улавливании и фокусировании теплового излучения на теплочувствительной части прибора, соединенной с термопарой. Температуру в диапазоне до 4000°С можно измерять фотоэлектрическими пирометрами, а до 6000°С оптическими пирометрами.

На рис. 28 показан контактный термометр для автоматического регулирования температуры. Термометр имеет неподвижный контакт 1, который соприкасается с ртутью в капилляре, и подвижный контакт 2. Вращением подвижного магнита 5, надетого сверху на головку 4, передвигают ползунок 6 до уровня требуемой температуры по верхней шкале 7. Нижняя шкала 6 устроена как у обычных термометров. Изолированные медные провода 3 соединены с исполнительным механизмом, включающим при разрыве или выключающим при соединении электрической цепи источник нагрева.

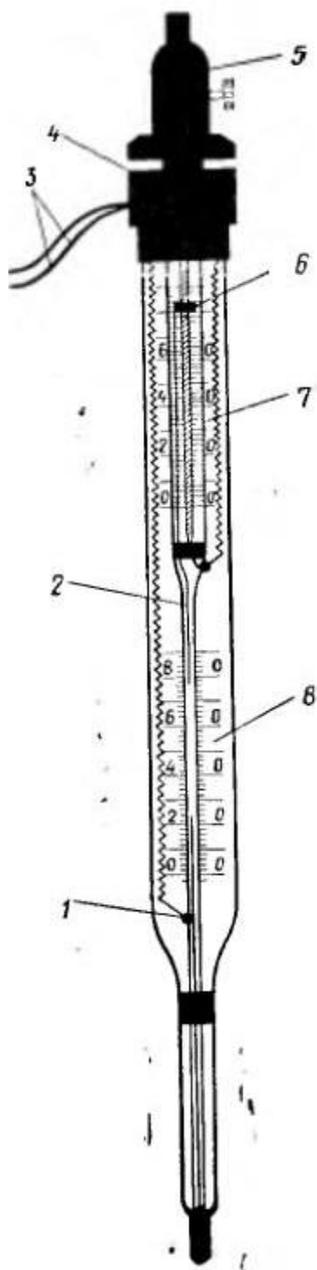


Рис. 28

Основные правила работы с термометрами

1. Нельзя нагревать термометры выше максимальной температуры, указанной на шкале.
2. После работы надо дать термометру постепенно остыть до комнатной температуры в подвешенном состоянии. Нельзя класть термометр на твердые предметы (стекло, металл и т. п.).
3. Очистить термометр (ватой, тканью, фильтро-вальной бумагой) от загрязнений.
4. Положить термометр в футляр или убрать в специально отведенное место.
5. Время от времени проверять правильность показаний термометра.

15. ВЕСЫ. ПРАВИЛА ВЗВЕШИВАНИЯ

Взвешивание (определение массы) – достаточно распространенная операция в лабораторной практике. взвешивание точных навесок необходимо при приготовлении растворов заданной концентрации. При проведении синтезов веществ необходимо отвешивать определенные количества реагентов для обеспечения взаимодействия в соответствии со стехиометрическими коэффициентами. Взвешивание проводят для определения выхода синтезируемого вещества.

Самое заметное применение взвешивание находит в аналитической химии, в частности в количественном анализе. Многие методы анализа основаны на измерении массы полученного или израсходованного в результате взаимодействия вещества, массы образца, оставшейся после прокаливании. Определение дисперсного состава сыпучих материалов невозможно без взвешивания.

Взвешивание необходимо и при изучении физико-химических свойств веществ, например при определении плотности или насыпного веса.

Весы лабораторные характеризуются такими основными показателями:

- наибольшая допустимая (предельная) нагрузка. Эта величина часто входит в маркировку весов, например ВЛР-200г, АВ-200;
- цена деления, которая связана с допустимой погрешностью показаний и точностью отсчета;
- быстродействие – число взвешиваний в единицу времени.

Лабораторные весы бывают:

- общелабораторные (технохимические, технические, прецизионные), их применяют для приближенного взвешивания веществ и предметов массой до 1 кг с точностью до 0,01 г. Пригодны для приготовления растворов;
- аналитические, которые, в свою очередь, по точности взвешивания подразделяются на аналитические обычные (предельная нагрузка 100, 200 и 500 г, точность 0,1 мг), полумикроаналитические (предельная нагрузка 20, 30, 50, 100 г, точность 0,01 мг), микроаналитические (предельная нагрузка 20 г, точность 0,0001 мг), ультрамикрохимические (предельная нагрузка 1 г, точность 0,000001 мг);
- специальные (пробирные – образцовые весы для поверки гирь, торсионные, электронные и пр.).

Для взвешивания на аналитических весах применяют разновес – набор точных гирь, помещенных в футляр с крышкой, выложенный бархатом для предохранения от царапин. Аналитические граммовые гири покрыты хромом или никелем для предотвращения окисления и изменения веса. Для каждой гири имеется свое место; часть футляра, где находятся миллиграммовые гири, накрыта стеклом. В каждом футляре имеется пинцет с пластмассовым или роговым наконечником, чтобы не царапать разновески. Руками брать разновески нельзя.

В аналитических весах АВ-200 тысячные и десятитысячные доли грамма определяют с помощью рейтера (навешиваемой внутри весов разновески в виде петельки массой 0,01 г) и рейтерной шкалы с делениями 0,0002 или 0,0001 г. Такие весы еще называют рейтерными.

В весах АДВ-200 разновески массой от 10 до 999 мг помещают не на чашку весов, а навешивают в виде колец на горизонтальную планку с прорезями, прикрепленную к правому плечу коромысла с помощью специальной дисковой рукоятки. Миллиграммовый разновес состоит из восьми колец массой 10, 10, 20, 50, 100, 100, 200 и 500 мг. Дисковая рукоятка имеет два вращающихся лимба. Внешний лимб имеет деления от 0 до 9, каждое деление соответствует нагрузке в 100 мг. Внутренний лимб нагружает кольца от 10 до 90 мг. Кроме того, весы имеют оптическое устройство со световым экраном – вейтограф с микрошкалой, по которой высчитываются тысячные и десятитысячные доли грамма.

Включение весов осуществляется вращением рукоятки – арретира – приспособления, которое поднимает коромысло весов и приводит его в состояние покоя. Вращением арретира против часовой стрелки до упора весы приводятся в рабочее неарретированное состояние. Все перемещения гирек, взвешиваемых объектов должны проводиться в арретированном состоянии, т. е. в состоянии покоя коромысла. Измерение проводится в неарретированном состоянии весов.

Все весы в каждой из подгрупп различаются конструкционными особенностями. Так, весы бывают двухчашечными (рычажные) и одночашечными. Большинство лабораторных весов снабжаются воздушными, магнитными, жидкостными успокоителями (апериодические весы). Специальные воздушные устройства для торможения колебания чашек весов в виде двух алюминиевых цилиндров, входящих один в другой, называются демпферами, а весы демпферными (например АДВ-200).

По устройству весы подразделяются на простые равноплечие, равноплечие со встроенными гирями, одноплечие, крутильноравноплечие, крутильные, торзионные, квадрантные).

Весы лабораторные равноплечие (например ВЛР-200г, ВЛР-1кг, ВЛР-10кг, ВЛР-20кг, ВЛР-50кг) имеют коромысло с одной опорной и двумя грузоприемными призмами, к которым посредством серег подвешиваются грузоприемные чашки или платформы. Принцип действия весов основан на уравнивании моментов, создаваемых соответственно взвешиваемым грузом и накладными гирями.

В равноплечих одночашечных весах вместо второй чашки подвешена серьга с приспособлениями для наложения встроенных гирь.

В одноплечих весах на одном конце коромысла закреплен противовес. В крутильноравноплечих двухчашечных весах проводится измерение угла закручивания упругой металлической нити, пропорционального весу груза. По принципу действия крутильные и торзионные весы отличаются от крутильноравноплечих тем, что в них отсутствует вторая чашка. Угол закручивания спиральной пружины отсчитывается посредством отсчетной стрелки по шкале, проградуированной в единицах массы.

Торзионные весы бывают двух типов: с неподвижной циферблатной шкалой и подвижной стрелкой или с подвижной шкалой и неподвижной стрелкой. Торзионные весы снабжены арретирным приспособле-

нием, их применяют для определения очень малых количеств. Чашки торзионных весов помещены в витрину.

В квадрантных весах используются только встроенные гири. Весы имеют верхнее расположение грузоприемной чашки и полное механическое гиреналожение. Результат взвешивания определяют по отсчетной шкале, счетчикам гиревого механизма и делительного устройства. Выпускаются четыре модификации весов: ВЛКТ-160г, ВЛКТ-500г-М, ВЛКТ-2кг-М, ВЛКТ-5кг.

Существуют и так называемые термовесы, предназначенные для автоматической записи изменения массы при нагревании образца.

Весы могут характеризоваться классом точности, который по ГОСТ 24104-88 может быть 1, 2, 3 и 4 (самый точный класс – 1). Прецизионные весы имеют 4 и 3 класс точности, аналитические весы – 1 и 2 класс точности.

В последние годы широкое распространение получили электронные весы, у которых отсчет показаний или уравнивание нагрузки производится с помощью электронной схемы.

Электронные прецизионные весы имеют открытую платформу или чашку. Например, весы лабораторные микрокомпьютерные 4 класса ВЛМК-220г, ВЛМК-550г, ВЛМК-1100г, ВЛМК-2200г чашечные с дисплеем, имеют цифровой отсчет, полуавтоматическую калибровку и наличие сервисных программ. Электронные прецизионные (технические) весы Explorer 4-го класса (предел взвешивания 210, 410, 610, 4100, 6100, 8100, 12000, 22000, 32000 г, точность взвешивания от 0,001, 0,01 и 0,1 г) представляют собой платформу с дисплеем.

Электронные аналитические весы имеют одну чашку, которая помещается в застекленный футляр, и подсвеченный дисплей. Современные весы могут иметь несколько режимов взвешивания, возможности взвешивания под весами и подключения к принтеру, набор для определения плотности и калибровки пипеток, программу статистической обработки результатов.

Электронные аналитические весы 2-го класса выпускает фирма Voyager, они рассчитаны на 62, 110 и 210 г. Электронные аналитические весы 1-го класса с точностью взвешивания 0,1 мг выпускают фирмы Analytical Plus (AP 110, AP 210, AP 310, AP 250D) и «Сарториус» (LA230S, LA310S).

Основные правила взвешивания

С весами нужно обращаться всегда очень осторожно. Без нужды не следует переставлять их с места на место.

Взвешивание на лабораторных весах — ответственная работа, так как найденные массы являются исходными данными и ошибка взвешивания может привести к неправильным результатам анализа или эксперимента. Весы всегда должны быть чистыми.

Перед каждым взвешиванием необходимо проверить нулевую точку весов. Взвешивать на весах грузы, более тяжелые, чем допускает предельная нагрузка, категорически воспрещается. Взвешивать вещества и предметы можно, только когда они имеют температуру, одинаковую с температурой весов (иначе можно получить значительную ошибку взвешивания).

Взвешиваемый предмет кладут на левую чашку весов, а гири с разновесками на правую, размещая их на середине чашек. Открывать и закрывать боковые дверки, а также делать любые перемещения внутри весов можно только при арретированных весах.

Взвешиваемое вещество должно обязательно находиться в какой-либо таре: часовом стекле, стакане, тигле, бюксе, чашке Петри, чашке Коха. Порошистые, порошкообразные и летучие вещества следует взвешивать в закрытых сосудах (бюксах, чашках Коха). Прежде чем ставить на чашку весов какой-то предмет, необходимо убедиться, что доньшко сосудов чистое и сухое. Масса тары должна быть определена предварительно и с требуемой точностью.

Гири помещают на чашку весов обязательно при помощи пинцета, начиная с самых крупных и ставя их по одной при арретированных весах. После взвешивания разновес надо сейчас же убрать в футляр. Оставлять весы нагруженными недопустимо.

Аналитические весы должен периодически проверять специалист.

16. НЕОБХОДИМОСТЬ И СПОСОБЫ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ. СМЕШИВАНИЕ

В лабораторной практике достаточно часто применяется операция измельчения. В отличие от дробления (получение крупных кусков)

измельчение путем механического разрушения твердых веществ дает мелкие частицы. Обязательно измельчают твердые материалы, которые поступают для проведения химического анализа. Перед приготовлением растворов из твердых веществ их желательно измельчить. При отборе средней пробы из большого объема исследуемое вещество неоднократно измельчают. В некоторых процессах, например грануляции, агломерации, необходимо использовать измельченные материалы.

По размерам (дисперсности) образующихся частиц различают грубое (0,1–1 мм), среднее (0,01–0,1 мм) и тонкое (мельче 0,01 мм) измельчение. Небольшое количество (до 100 г) можно измельчить вручную. Большое количество целесообразно измельчать механически с помощью специальных приборов и машин.

Для *ручного измельчения* применяют различные ступки: стальные, чугунные, бронзовые, латунные, фарфоровые и агатовые. Выбор зависит от твердости измельчаемого материала. Твердость материала ступки должна быть выше, иначе ступка быстро сработается, а измельчаемый материал будет засоряться материалом, из которого сделана ступка.

Предварительное дробление можно сделать в стальных ступках или даже ударами стального молотка. В лаборатории наибольшее распространение получили фарфоровые ступки разного диаметра и глубины, которые представляют собой полушаровидные толстостенные чашки. Истирание твердых веществ в ступках проводят пестиками из того же материала, что и ступка. Перед и после работы ступку тщательно моют. Вещество в ступке не должно заполнять более 1/3 объема. Осторожными ударами пестика сначала разбивают крупные куски вещества, а затем медленно растирают круговыми движениями до получения требуемого размера частиц. Вещество со стенок ступки и пестика счищают шпателем. При измельчении пылящих и особо вредных веществ работу нужно вести в вытяжном шкафу, а ступку закрывать специальным чехлом.

Иногда в ступке проводят и растворение твердых веществ. Для этого к твердому материалу добавляют порциями воду при постоянном истирании пестиком. Последней порцией растворителя необходимо сполоснуть ступку и обмыть пестик, добавив затем эту часть к полученному раствору.

Механическое измельчение. Для грубого измельчения применяют щековые, конусные (гирационные), молотковые или валковые дро-

билки. Лабораторные щековые дробилки работают по принципу раздавливания и состоят из двух дробящих поверхностей – подвижной и неподвижной щек. В конусной дробилке раздавливание происходит между подвижным и неподвижным конусом. В молотковой дробилке измельчение производится ударами молотков, установленных на вращающемся горизонтальном валу. Валковые дробилки представляют собой два вала, установленные на горизонтальной оси и вращающиеся навстречу друг другу.

Более тонкое измельчение достигается при использовании шаровых мельниц, дисковых истирателей, фрикционных столов и т. п. Шаровая мельница представляет собой вращающийся фарфоровый или металлический барабан цилиндрической, конической или трубчатой формы, внутрь которого закладываются фарфоровые или стальные шары.

В дисковых истирателях сверхтонкое измельчение до 0,005–0,1 мм происходит между вращающимися и неподвижными дисками. Тонину помола регулируют, изменяя величину зазора между дисками. Стрежневые мельницы отличаются от шаровых тем, что их заполняют не шарами, а металлическими стержнями. Фрикционным столом называют систему вращающихся валков, на которые устанавливают стержневые мельницы.

Измельчение до коллоидных размеров (1–0,1 мк) производится на коллоидных мельницах. В коллоидную мельницу загружается предварительно раздробленный до 20 мк материал. Измельчение в коллоидной мельнице проводится всегда в жидкой среде по принципу удара при больших скоростях или истирания между коническими поверхностями ротора и статора. Для предотвращения коагуляции коллоидов в дисперсионную среду добавляют поверхностно-активные вещества.

Для достижения очень тонкого помола применяют вибрационные мельницы. Мельница имеет цилиндрический корпус, установленный на неуравновешенном валу, создающем при вращении вибрацию. Корпус заполняют измельчающими телами, обычно стальными шарами. Вибрационные мельницы бывают для сухого и мокрого помола.

Смешивание. Для получения однородной смеси вещества должны быть измельчены до одинаковой величины частиц. Смешивать можно методом перекачивания на фильтровальной бумаге. Для этого смесь распределяют равномерным слоем на бумаге, а затем, последовательно поднимая концы листа, перекачивают массу до получения однородной

смеси. Смешивание твердых тонкоизмельченных веществ можно проводить путем пересыпания смеси из одной банки в другую.

Хорошие результаты смешивания получаются при просеивании измельченных веществ через сита, имеющие отверстия, в 2–3 раза превышающие диаметр смешиваемых веществ. Для получения однородной смеси смешиваемые вещества следует просеять 3–4 раза.

Механическое смешивание ингредиентов можно проводить в ступках при одновременном растирании, а также в шаровых или стержневых мельницах, удалив из них шары или стержни, на фрикционных столах.

Существуют специальные лабораторные смесители – различные емкости, которые приводятся во вращение вручную или от электрического мотора. Например, лабораторный коленчатый смеситель представляет собой металлическое колено с разгрузочным люком на месте изгиба. Смеситель укреплен в станине на оси. Куб-смеситель вращается вокруг оси, проходящей по диагонали, и обеспечивает гомогенное смешивание.

17. ОСНОВЫ, СПОСОБЫ И ТЕХНИКА ФИЛЬТРОВАНИЯ

Сущность фильтрования состоит в том, что жидкость с находящимися в ней частицами твердого вещества пропускают через пористую перегородку. При этом частицы твердого вещества (осадок) остаются на перегородке, которая называется фильтром. Осветленная жидкость, которая прошла через фильтр, называется фильтратом.

Количество жидкости, которое может быть отделено через фильтр в единицу времени (скорость фильтрации), зависит: от величины пор перегородки; вязкости раствора (чем выше вязкость, тем труднее фильтрование); температуры процесса (с повышением температуры растворы становятся легкотекучи); давления (чем выше давление, тем больше скорость фильтрации); размера частиц твердого вещества (чем крупнее частицы, тем легче происходит их отделение), выбора фильтрующего материала.

В качестве фильтрующих материалов применяют сыпучие вещества, например кварцевый песок с различным размером зерен, обожженную глину; пористые перегородки (фарфоровые пластинки, прессованное стекло, пластики из прессованных оксидов металлов, керамические фильтры), фильтровальную бумагу, целлюлозную массу; асбест; волок-

нистые материалы (ткани); полимерные материалы (поливинилхлорид, политетрафторэтилен, полиэтилен).

Способы фильтрования

1. Фильтрование при обычном давлении. Необходимые принадлежности: воронка, фильтр из фильтровальной бумаги простой или складчатый (плоеный), сосуд для сбора фильтрата – стакан, колба. Воронка может быть установлена в кольце, присоединенном к штативу, или вставлена в горло колбы (при этом необходимо обеспечить зазор между ними).

2. Фильтрование под вакуумом. В приемнике создается уменьшенное давление, и жидкость фильтруется под давлением атмосферного воздуха. Чем больше разность между атмосферным давлением и давлением в приемнике, тем быстрее идет фильтрование.

Установка для вакуум-фильтрования (рис. 29) включает воронку Бюхнера 1, колбу Бунзена 2, предохранительную склянку Вульфа и вакуум-насос. Вакуум-насос может быть стеклянным водоструйным и масляным. Предохранительную склянку устанавливают между колбой и вакуум-насосом для предотвращения выброса раствора из колбы. На сетчатую перегородку укладывают два кружка фильтровальной бумаги, диаметр которых на 1 мм меньше внутреннего диаметра воронки. Фильтр смачивают раствором или водой для плотного прилегания. Вместо воронки Бюхнера можно использовать воронки с впаянным фильтром различной пористости или воронку Аллина с длинноволокнистым асбестом.

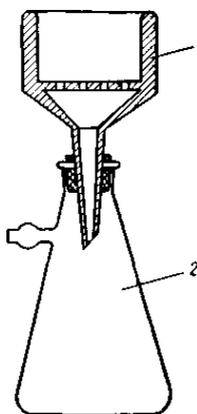


Рис. 29

3. Фильтрация при нагревании. Для этого используются воронки для горячего фильтрования, которые имеют рубашку для подачи горячей воды или другого теплоносителя (рис. 30), или воронки с впаянной перегородкой и электрообогревом. Обогрев можно вести горячим воздухом.

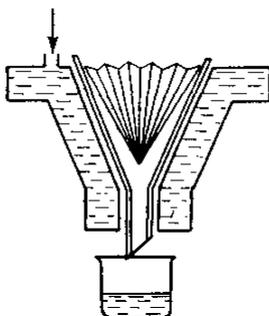


Рис. 30

4. Фильтрация при охлаждении. Способ применяется для фильтрования веществ, имеющих низкую температуру плавления. Многие органические вещества (уксусная кислота, бензол и др.) кристаллизуются и могут быть отделены при охлаждении. Для этого используют также воронки с рубашками, в которые подают ледяную воду, смесь льда с солью или охлаждающий раствор, например нитрата аммония. Существуют фарфоровые воронки с водяным охлаждением.

5. Фильтрация в среде инертного газа. Способ применяется для фильтрования веществ, которые изменяются под действием воздуха. Для этого применяют закрытую воронку с впаянным фильтром, краником на сливной трубке и тремя отводами в виде трубок с краниками в верхней части воронки (два для подачи и выхода инертного газа, а один для подачи фильтруемой жидкости).

6. Фильтрация под давлением. Способ применяется для фильтрования высоковязких расплавов органических (лаки, жидкие смолы) и неорганических веществ, отделения шламистых и илистых осадков. Для фильтрования применяют прибор, рассчитанный на работу под повышенным или высоким давлением, например фильтр-пресс. Фильтрующий материал располагают на металлической сетке или пластине с перфорацией. Давление создается подачей в закрытый корпус фильтра сжатого воздуха из компрессора или баллона.

Техника фильтрования

При фильтровании нужно выполнять следующие требования.

1. Фильтр должен плотно прилегать к стенке воронки, а конец воронки при фильтровании должен касаться стенки стакана.

2. Не всякая фильтровальная бумага годна для фильтрования любых осадков. Бумажные фильтры различаются по размеру (диаметру), а также по сортам и разделительной способности, которую обозначают цветом бумажной ленты. Приняты следующие обозначения для фильтров:

- **черная лента (ЧЛ)** – фильтровальная бумага зольная для работ, не связанных с гравиметрическим анализом осадка;
- **красная лента (КЛ)** – фильтры быстрой фильтрации (**ФБ**) для отделения творожистых и крупнокристаллических осадков;
- **белая лента (БЛ)** – фильтры средней фильтрации (**ФС**) для отделения среднезернистых осадков;
- **синяя лента (СЛ)** – фильтр медленной фильтрации (**ФМ**) для мелкокристаллических осадков;
- **зеленая лента (ЗЛ)** – фильтр медленной фильтрации (**ФОМ**) для мелкодисперсных осадков;
- **желтая лента (ЖЛ)** – обезжиренные фильтры (**ФОБ**) для анализа масло- и жиропродуктов.

Все фильтры, кроме **ЧЛ**, обеззоленные, т. е. при сжигании дают незначительное, строго определенное количество золы и могут применяться для определения точного количества осадков.

3. Перед фильтрованием фильтр следует смочить той жидкостью, которая будет фильтроваться. Для смачивания надо применять только чистую жидкость.

4. Уровень фильтра в воронке должен быть всегда ниже края воронки. Величина фильтра должна быть соразмерна с количеством осадка. Осадок должен занимать не более половины фильтра.

5. При фильтровании тяжелых осадков на воронку устанавливают конус с перфорацией (фарфоровый или металлический), а затем укладывают фильтр.

6. Жидкость сливать на фильтр надо при помощи стеклянной палочки, направляя поток на стенку с тройным слоем. Уровень жидкости не должен доходить на 3–5 мм до края фильтра.

7. Для отделения твердой фазы от жидкой сначала используют **декантацию** – сливание жидкости с отстоявшегося осадка. Затем осадок промывают 2–3 раза водой или промывными водами, взмучивая в стакане стеклянной палочкой, дают отстояться и сливают в фильтр по палочке.

8. Фильтровальную бумагу нельзя использовать для фильтрования концентрированных растворов сильных кислот и оснований. Для фильтрования агрессивных жидкостей применяют фильтры из стекловолоконной бумаги или коротковолокнистого асбеста.

9. Если фильтрат разрушает бумажный фильтр, можно использовать воронки с впаянным пористым стеклянным фильтром (рис. 31), которые различаются по классам:

- **ПОР-160** с размером пор 100–160 мкм для грубозернистых и студнеобразных осадков;
- **ПОР-100** с размером пор 40–100 мкм для кристаллических осадков;
- **ПОР-40** с размером пор 16–40 мкм для мелкокристаллических осадков;
- **ПОР-16** с размером пор 10–16 мкм для тонкодисперсных осадков.

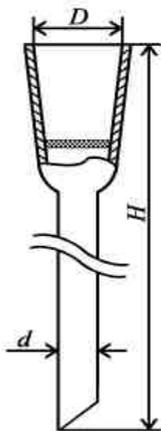


Рис. 31

После работы пористый фильтр тщательно очищают соответствующими растворителями или водой, но нельзя применять растворы щелочей.

10. При фильтровании огнеопасных жидкостей рядом не должно быть зажженных горелок.

18. ДИСТИЛЛЯЦИЯ: ЦЕЛЬ, ПРАВИЛА, УСТАНОВКИ

Дистилляция, или перегонка, основана на превращении жидкости в пар и последующей конденсации пара в жидкость. Перегонкой можно, в принципе, полностью очистить жидкость от нелетучих компонентов, исключив перенос вместе с паром мельчайших капелек очищаемой жидкости.

Перегонкой водопроводной воды в металлическом перегонном аппарате получают дистиллированную воду. Перегонкой можно разделять жидкости, если они сильно отличаются по температуре кипения.

Различают три способа перегонки жидкости: под обыкновенным давлением, под уменьшенным давлением и с водяным паром.

Перегонка под обычным давлением (простая перегонка). Простая перегонка применима в тех случаях, когда нагревание не сопровождается распадом вещества или жидкость имеет не слишком высокую температуру кипения.

Для этой цели собирают установку (рис. 32), состоящую из колбы Вюрца 1, холодильника 2 и приемника 4. На конец холодильника через притертую или резиновую пробку устанавливают аллонж 3. Перегоняемая жидкость не должна занимать более 2/3 объема колбы. Колбу снабжают термометром, вставленным в резиновую пробку. Нижний конец термометра должен находиться на 0,5 см ниже уровня отводной трубки колбы Вюрца.

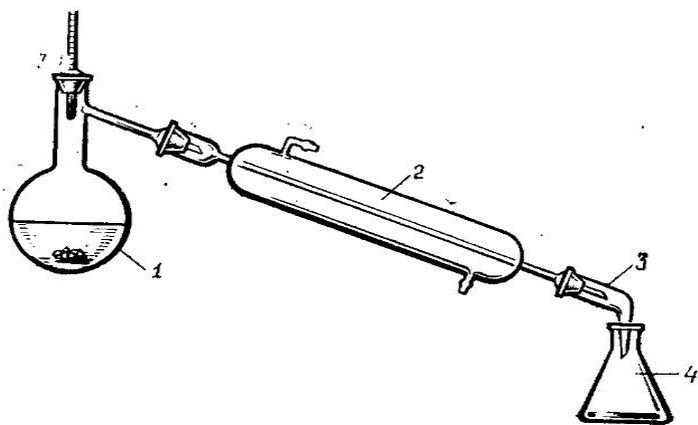


Рис. 32

Колбу присоединяют к холодильнику и закрепляют лапками на штативах. Отводная трубка колбы должна входить на 4–5 см, считая от пробки, в форштос холодильника. Под колбу подводят водяную или другую баню или же кольцо с асбестированной сеткой и источник нагрева (горелка, электрическая плитка).

Убедившись в прочности крепления колбы и надежности соединения с холодильником, в горло колбы вставляют воронку с условием, чтобы ее нижний конец был на 2–3 см ниже отводной трубки, вливают перегоняемую жидкость и закрывают горло пробкой с термометром.

При перегонке нужно стремиться, 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 называется такой способ ее ведения, когда из смеси жидкостей с различными температурами кипения выделяются отдельные компоненты. Установка для фракционной перегонки (рис. 33) включает перегонную круглодонную колбу 1, термометр 3, холодильник 4, аллонж 5 и приемную колбу 6.

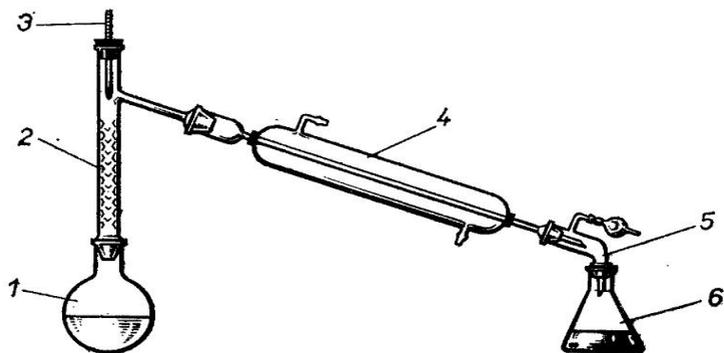


Рис. 33

Эффективность разделения можно заметно улучшить, используя колонку для фракционной перегонки — дефлегматор 2. Дефлегматор состоит из вертикальной трубки, заполненной материалом с большой поверхностью, на которой происходит частичная конденсация пара.

В условиях тесного контакта между поднимающимся паром и спускающимся конденсатом, который непрерывно стекает через нижнюю часть в перегонную колбу, устанавливается равновесие, при котором в верхней части будет собираться пар более летучего компонента.

Большая площадь поверхности в дефлегматорах может быть достигнута заполнением цилиндрической колонки неплотным материалом – насадками (короткие отрезки стеклянных трубок, маленькие одно- или двухвитковые спиральки из стекла или металла, сетка из нержавеющей стали).

Достаточно распространена колонка Вигре, которая представляет собой простую стеклянную трубку с направленными вниз вырезами. При создании оптимальных условий можно разделить жидкости, температуры кипения которых различаются на несколько градусов.

Перегонка под уменьшенным давлением (вакуум-перегонка)

Вакуум-перегонку применяют в тех случаях, когда жидкость при нормальных условиях имеет слишком высокую температуру кипения либо при нагревании до высокой температуры подвергается разложению или изменению.

Перегонку можно вести при умеренном вакууме или при высоком вакууме. Чем ниже вакуум, тем ниже температура кипения перегоняемой жидкости и больше уверенности в том, что не будет происходить химических изменений перегоняемого вещества.

Главным требованием при проведении вакуум-перегонки является полная герметичность установки. Поэтому наиболее удобно применять установки, собранные на шлифах.

Умеренный вакуум (5–10 мм рт. ст.) может быть достигнут при использовании обычного лабораторного водоструйного насоса. На рис. 34 показана *установка для перегонки под умеренным вакуумом*, применяемая чаще всего. Она состоит из колбы Клайзена 1, снабженной капилляром 2 и термометром 3, холодильника 4, аллонжа 5, приемника 6, манометра 8, стеклянного крана и предохранительной склянки Вульфа 7 (между манометром и насосом). В качестве соединительных трубок применяют специальные вакуумные трубки с утолщенными стенками (2–3 мм). Приемником при вакуум-перегонке может служить аппарат Брюля, колба Вюрца и другие сосуды.

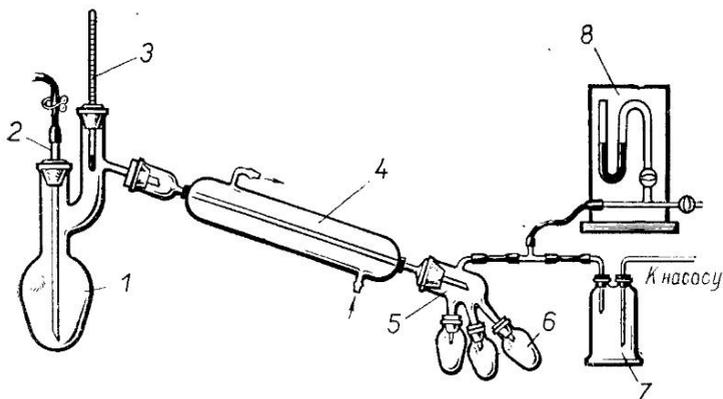


Рис. 34

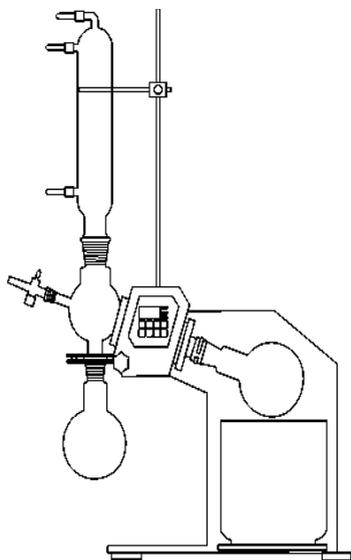


Рис. 35

При завершении перегонки необходимо убрать источник нагревания и дать остыть перегонной колбе, после чего стравить вакуум. **Вакуум стравливают не путем отключения насоса, а открыванием крана в системе впуска воздуха.** Примите все меры, чтобы приемные колбы не упали при стравливании вакуума.

Перегонка в высоком вакууме (молекулярная, или прямая перегонка) применяется для разгонки органических веществ, имеющих молеку-

лярную массу до 1200, или для низкомолекулярных термически нестойких веществ. Для проведения молекулярной перегонки существуют различные аппараты, как одноступенчатые, так и многоступенчатые.

На рис. 35 изображен роторный испаритель, позволяющий проводить перегонку термически нестойких веществ, смеси высококипящих веществ, легковспенивающихся веществ по принципу испарения в тонких пленках текущих жидкостей.

Вакуум порядка 10^{-3} – 10^{-5} мм рт. ст. достигается при помощи специальных двухступенчатых масляных насосов. Температуру надо поднимать медленно, чем медленнее идет перегонка, тем лучше. В приемник не должно капать больше одной капли в секунду.

Перегонка с водяным паром

Перегонка с водяным паром имеет преимущество перед обычной в том, что она может быть избирательной. Одни вещества перегоняются с паром, другие нет или очень медленно. Некоторые органические вещества почти не смешиваются с водой, поэтому их можно отделить от нелетучих загрязнений, включая неорганические примеси, перегонкой с водяным паром.

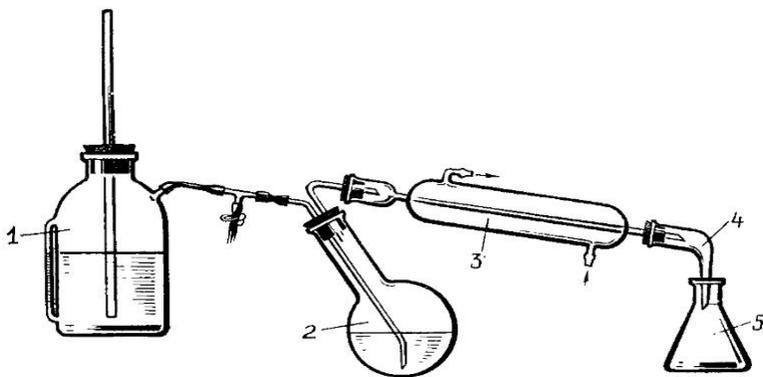


Рис. 36

Сущность такой перегонки заключается в пропускании струи пара через горячую смесь перегоняемого вещества и воды. Перегонка ведется при температуре кипения воды (100°C). Пары воды захватывают с собой пары летучих продуктов, а поскольку они не смешиваются с водой, то легко отделяются от дистиллята. Такая перегонка применяется

для отделения летучих органических веществ от смолистых веществ, которые образуются в ходе синтеза.

Установка для перегонки с водяным паром (рис. 3б) включает парообразователь 1, водоотделитель, перегонную колбу 2, холодильник 3, аллонж 4 и приемник 5.

19. ЭКСТРАКЦИЯ: ЦЕЛЬ, ВИДЫ. ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ. ЗОННАЯ ПЛАВКА

Экстракция (экстрагирование) – метод извлечения из смеси каких-либо веществ одного или другого компонента с помощью растворителей. В основе метода лежит различная растворимость веществ в данном растворителе и различное распределение вещества между двумя несмешивающимися жидкостями.

Существуют два варианта проведения экстракции в зависимости от физического состояния экстрагируемого (извлекаемого) компонента:

- 1) система «твердое – жидкость» – экстрагирование твердого вещества;
- 2) система «жидкость – жидкость» – экстрагирование жидкостей.

В зависимости от применяемого растворителя различают экстракцию водой или водными растворами, органическими растворителями, расплавами.

Растворитель может применяться холодным – холодное экстрагирование или горячим – горячее экстрагирование.

Экстрагирование твердых веществ

Холодное экстрагирование водой или водными растворами называется выщелачиванием.

Наиболее распространенный растворитель – вода. Процесс проводят в стакане – стеклянном или фарфоровом. Чем меньше растворяется вещество, тем больше должно быть отношение «растворитель : твердое вещество» (Ж:Т), чтобы больше извлечь за один прием. В лабораторных условиях можно составить батарею для выщелачивания. Извлекаемое вещество помещается в ряд стаканов. Растворитель заливается в первый стакан, после перемешивания, отстаивания и отделения от нерастворившейся части его заливают во второй стакан и т. д. Жидкость из последнего стакана сливают в приемник. Такое выщелачивание на-

зывается противоточным и позволяет получить более концентрированный раствор извлекаемого вещества.

Экстрагирование органическими растворителями чаще всего осуществляют в специальных аппаратах — экстракторах Сокслета (рис. 37), включающих колбу и обратный холодильник. Экстрагируемое твердое вещество помещают в экстрактор в патроне или завернутым в фильтровальную бумагу. Экстрагирующую жидкость заливают в колбу и нагревают до кипения. Для обогрева колбу помещают в водяную баню, при этом в одну баню устанавливают сразу несколько аппаратов. Пары жидкости направляются в холодильник, там они конденсируются, конденсат стекает в экстрактор на экстрагируемое вещество, проходит через весь слой и далее через фильтровальную бумагу попадает обратно в колбу. После окончания опыта раствор переносят в колбу Вюрца и отгоняют из него растворитель. Извлекаемое вещество остается в колбе.

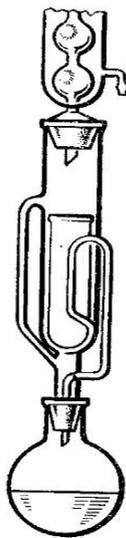


Рис. 37

Экстрагирование жидкостей

Экстрагирование в лабораторных условиях проводят в делительных воронках. Испытуемый раствор заливают в делительную воронку до половины, туда же добавляют (половину от взятого раствора) подходящий

несмешивающийся растворитель. Воронку закрывают и перемешивают многократным перевертыванием вверх-вниз. При энергичном встряхивании могут образовываться трудноразделимые стойкие эмульсии, на разрушение которых требуется длительное время, что нежелательно.

Затем воронку укрепляют на штативе и дают постоять некоторое время для полного расслоения, т. е. должна установиться четкая граница. Нижнюю часть медленно сливают в приемник. Иногда для более полного извлечения экстрагирование повторяют несколько раз. Затем растворитель отгоняют, и в перегонной колбе остается извлекаемое вещество.

Для экстрагирования из водных растворов применяют следующие растворители: диэтиловый эфир, петролейный эфир, бензин, бензол и т. п.

Если вещество, экстрагируемое из водного раствора, обладает хорошей растворимостью в воде, то во избежание расхода больших количеств растворителя экстракцию проводят следующим образом.

К водному раствору вещества добавляют чистую поваренную соль до образования насыщенного раствора. В концентрированных растворах солей растворимость других веществ, особенно органических, заметно понижается. Это позволяет добиться эффекта, применяя меньшие количества растворителя. Растворитель экономится и за счет понижения собственной растворимости в воде.

Лучше взять малые порции растворителя и провести многократную экстракцию, чем взять сразу большую порцию растворителя и провести экстракцию однократно. В первом случае экстракция будет более полной, а потери растворителя минимальными. При использовании тяжелых растворителей для перемешивания в экстрактор подают воздух или инертный газ.

Экстрагирование расплавами твердых органических веществ

Для извлечения некоторых неорганических комплексов из водных растворов можно применять расплавы твердых органических веществ, имеющих низкую температуру плавления. Например, парафин (50°C), церезин (50°C), стеариновая кислота (70°C), нафталин (80°C), бензойная кислота (122°C).

В пробирку к горячему раствору добавляют расплавленное органическое вещество. Перемешав содержимое пробирки, охлаждают под струей холодной воды. Органическая застывшая масса с растворив-

шимся в ней веществом останется на стенках пробирки, а жидкость сливается.

Застывшую массу разогревают и при необходимости реэкстрагируют другим горячим растворителем, а твердые экстрагирующие вещества используют повторно.

Зонная плавка – частный случай экстракции расплавленными веществами, когда твердая фаза находится в равновесии с жидкой. Этот метод применим, если растворимость какой-либо примеси в жидкой фазе, содержащейся в очищаемом веществе, отличается от растворимости в твердой фазе.

Особенно ценен этот способ для очистки органических веществ, которые имеют низкое давление паров и разлагаются при перегонке. Метод зонной плавки позволяет полностью использовать исходные вещества и получать большие монокристаллы органических веществ и некоторых металлов (алюминия, германия и др.). В простейшей форме метод зонной плавки в применении к металлам состоит в медленном перемещении расплавленной зоны вдоль стержня металла.

Для очистки органических веществ (например, бензойной кислоты) цилиндрический сосуд заполняют расплавленным веществом, после его затвердения цилиндр пропускают через обогреваемое кольцо таким образом, чтобы расплавленная зона передвигалась вверх по цилиндру.

Двукратная обработка бензойной кислоты методом зонной плавки меняет 11 перекристаллизаций из бензола.

Методом зонной плавки проводят очистку нафталина от антрацена. Загрязненный нафталин помещают в трубку из стекла пирекс длиной 900 мм и диаметром 25 мм. Эту трубку перемещают через небольшой цилиндрический нагреватель (может быть использована трубчатая печь).

На рис. 38 показана установка для зонной плавки органических веществ, состоящая из стеклянной жаропрочной трубки 1, в которую вставлена ампула 2. Электродвигатель 3 осуществляет движение ампулы, 4 – нагреватель.

Метод зонной плавки применяют и для очистки жидкостей. Для этого предварительно замораживают до минус 30°C бруску жидкости (например, с помощью смеси твердой углекислоты с ацетоном). Замороженную жидкость в лодочке протягивают через несколько последовательных зонных нагревателей. Расплавленные зоны, перемещаясь

одна за другой, увлекают за собой примеси, имевшиеся в жидкости. Примеси концентрируются в конечной части бруска.

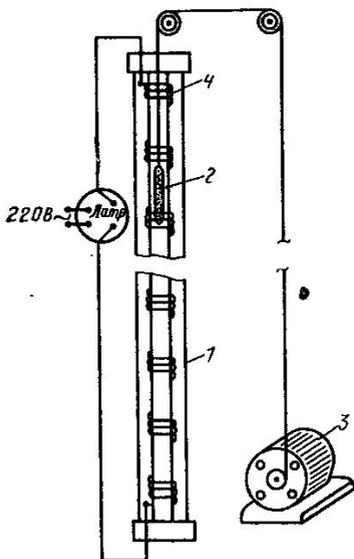


Рис. 38

20. КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ, ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ

Кристаллизация — осаждение кристаллов из горячего насыщенного раствора охлаждением. Кристаллы отфильтровывают, отжимают и сушат. Для быстрого охлаждения применяют холодную воду, снег или лед. Метод широко применяется для очистки как неорганических, так и органических веществ перекристаллизацией, которую повторяют несколько раз.

Метод основан на том явлении, что растворимость твердых веществ в горячих растворах намного выше, чем в холодных. Таким образом, если приготовить насыщенный горячий раствор соединений и дать ему остыть, он станет пересыщенным, что приведет к выпадению кристаллов.

Если в растворе присутствуют нерастворимые в горячем растворе примеси, то от них освобождаются путем фильтрования горячего раствора.

Если загрязняющие примеси перешли в горячий раствор, то при охлаждении ввиду малых концентраций пересыщения по примесям не бу-

дет и они останутся в растворе. Кристаллы отфильтровывают, а примеси остаются в фильтрате – маточном растворе. Кристаллы высушивают.

Для получения абсолютной чистоты может потребоваться многократная перекристаллизация. Ключ к успешной кристаллизации лежит в использовании наилучшего растворителя, который легко растворяет вещество при нагревании, но в котором основной компонент почти не растворим при охлаждении. Для неорганических веществ самым распространенным растворителем является вода.

Выбор метода кристаллизации зависит от количества и природы образца и растворителя. При работе с неорганическими веществами кристаллизацию из водных растворов можно вести в термостойком стакане. Смесь вещества с водой нагревают до кипения, помешивая стеклянной палочкой. Полученный раствор охлаждают, выделившиеся кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, переносят в фарфоровую чашку и сушат в сушильном шкафу.

Для кристаллизации органических веществ наиболее распространены растворители с температурой кипения, близкой к 60–90°C: бензин, петролейный эфир (смесь углеводородов), гексан, циклогексан, этилацетат, этанол, пропанол и ацетон.

При использовании органических растворителей кристаллизацию ведут в конической колбе, которая должна иметь шлиф для присоединения обратного холодильника. Размер колбы выбирают с учетом того, чтобы она была заполнена не более чем наполовину.

Взвешенное вещество через воронку загружают в колбу, туда же заливают небольшое количество растворителя и добавляют несколько гранул «кипятильничков». Присоединяют холодильник и начинают нагрев на водяной бане. Нагрев ведут до тех пор, пока не начнется равномерное кипение растворителя с конденсацией в обратном холодильнике. Спустя несколько минут часть вещества должна раствориться. Через холодильник пипеткой добавляют растворитель небольшими порциями, пока все вещество не растворится. Количество растворителя должно быть минимальным.

Если раствор содержит нерастворимый материал, например пыль или следы неорганического вещества, то его фильтруют в горячем виде. Если раствор окрашен смолистыми примесями, то примеси удаляют добавлением древесного угля. Для этого раствор остужают, добавляют

1–2% порошкообразного угля, затем раствор доводят до кипения и кипятят с обратным холодильником в течение нескольких минут. Древесный уголь абсорбирует примеси, а затем его удаляют горячим фильтрованием.

Наиболее эффективно вакуумное фильтрование через предварительно нагретую воронку, это позволяет избежать начала кристаллизации на воронке. Для фильтрации древесного угля, чтобы избежать засорения фильтровальной бумаги, рекомендуется использовать фильтровальный порошок – целит, который наносится на фильтровальную бумагу или добавляется непосредственно в раствор перед фильтрованием.

Прозрачный и слабо окрашенный раствор охлаждают до комнатной температуры и оставляют для кристаллизации. При медленном охлаждении образуются крупные кристаллы, при быстром – мелкие. При быстром охлаждении низкоплавкие вещества могут образовывать масла вместо кристаллов, что нежелательно, так как в маслах могут растворяться примеси и часть растворителя.

В этих случаях для получения кристаллов ведут медленное охлаждение, осторожно помешивая стеклянной палочкой. Способствует кристаллизации трение колбы стеклянной палочкой или добавка нескольких кристалликов «затравки».

После завершения кристаллизации кристаллы отделяют от холодного маточного раствора вакуумным фильтрованием.

Иногда при быстром росте кристаллических осадков происходит захват примесей из растворов – **окклюзия**. При окклюзии примеси поглощаются всей массой осадка. Это явление (соосаждение) является нежелательным, так как приводит к загрязнению осадка. Наиболее надежный способ уменьшения «окклюзированных» примесей – переосаждение, или повторное осаждение.

Слипание частиц в дисперсных системах (особенно в коллоидных растворах) с образованием более или менее крупных агрегатов называется **коагуляцией**. Коагуляция также может привести к возникновению сплошной, хотя и рыхлой, пространственной структуры – коагуляционной структуры геля (коагеля).

Коагуляция может происходить самопроизвольно под влиянием химических или физических процессов, но чаще всего в результате внешнего воздействия (добавление электролита, поверхностно-активных веществ, электрофорез, повышение температуры, воздействие света и т. д.).

21. СПОСОБЫ ВЫСУШИВАНИЯ. ПРОКАЛИВАНИЕ

Высушивание – удаление остатков воды (обезвоживание), а также остатков органических растворителей. Высушивание необходимо в тех случаях, когда присутствие растворителей, в частности воды, может привести к нежелательной побочной реакции или задерживать ход основной реакции.

Высушивание газов и жидкостей. Для высушивания часто применяют адсорбенты – твердые вещества с развитой поверхностью (например, оксид алюминия, силикагель, цеолиты), способные удерживать пары воды (*адсорбционное поглощение воды*). В этом случае вода с адсорбентом образует механическую смесь.

Так, для высушивания газов и паров их пропускают через слой адсорбента. Каждый адсорбент имеет предел насыщения, поэтому его необходимо периодически менять. Процесс проводят в поглотительных колонках или U-образных трубках.

Адсорбенты по сравнению с другими высушивающими средствами имеют следующие преимущества: они химически нейтральны, безопасны в обращении, не расплываются при насыщении водой, поглощают в обычных условиях влагу в количестве 12–30% от своей массы, легко регенерируются при нагревании, дешевы и достаточно доступны.

Химическое связывание воды применяется для высушивания газов, паров и жидкостей. Сущность метода заключается в том, что вода, присутствующая в высушиваемом образце, вступает в реакцию с третьим веществом (например, металлическим натрием, магнием или кальцием, карбидом кальция и др.).

Так как взаимодействие с водой представляет собой необратимую реакцию, высушивание по этому типу является более эффективным и часто применяется для окончательного обезвоживания, так называемого «абсолютирования» растворителей.

Наибольшей эффективностью в этой группе веществ обладает фосфорный ангидрид (P_2O_5). Однако его нельзя применять при высушивании веществ основного характера, содержащих гидроксильные группы.

К высушивающим средствам с кислотными свойствами относится оксид бора (B_2O_3), с основными свойствами – оксид бария, оксид кальция.

Поглощение воды гигроскопическими веществами основано на способности некоторых веществ жадно поглощать воду или ее пары, образуя с ней кристаллизационные соединения (гидраты). Таким способом можно высушивать газы, жидкости и твердые вещества. Процесс проводят в закрытом сосуде (например, эксикаторе), при этом высушиваемое вещество размещают над гигроскопическим веществом, которое постепенно будет поглощать воду.

К высушивающим веществам с кислыми свойствами относится серная кислота. Применение серной кислоты для высушивания ограничивается ее агрессивностью по отношению ко многим органическим веществам.

Высушивание газов серной кислотой проводят в склянках Дрекселя, Тищенко, Вульфа и колонках различных типов. При высушивании воздуха серная кислота дает лучшие результаты, чем хлорид кальция, но значительно уступает фосфорному ангидриду и оксиду алюминия.

К высушивающим веществам с основными свойствами относятся едкое кали (KOH) и едкий натр (NaOH). Причем эффективность едкого кали в 60–80 раз выше, чем едкого натра. Особое значение эти вещества имеют для высушивания жидких органических оснований или их растворов.

Для высушивания применяют и нейтральные соли, которые образуют с водой гидраты: безводный перхлорат магния $Mg(ClO_4)_2$, перхлорат бария $Ba(ClO_4)_2$, безводные сульфат магния, сульфат натрия, сульфат меди, сульфат кальция, хлорид кальция. Хлорид кальция является наиболее часто употребляемым высушивающим средством как для газов, так и для жидкостей.

По уменьшению эффективности высушивающие средства можно расположить следующим образом: $P_2O_5 > Al_2O_3 > V_2O_5 > BaO > Mg(ClO_4)_2 > KOH > H_2SO_4 > \text{Силикагель} > CaSO_4 > CaO > CaCl_2 > NaOH > CuSO_4 > MgSO_4 > Na_2SO_4$.

Так, при высушивании воздуха, насыщенного водяным паром, пропуская его через P_2O_5 остаточное содержание водяных паров при 25°C составило менее 0,000025 мг на 1 л воздуха, а через $CuSO_4$ – 1,4 мг на 1 л воздуха.

Гигроскопические вещества (например, хлорид кальция) можно вводить непосредственно в жидкость, если они не взаимодействуют

с высушиваемым веществом. *Хлоридом кальция нельзя сушить спирты и амины.* Для высушивания спиртов применяется безводный сульфат меди или оксид кальция. После такого высушивания жидкость фильтруют или перегоняют.

Таблица 2

Осушители для различных классов органических соединений

Классы органических соединений	Рекомендуемые осушители
Предельные, циклопарафиновые, этиленовые и ароматические углеводороды; простые эфиры	Хлористый кальций, серноокислый натрий, серноокислый магний, металлический натрий
Галогенопроизводные углеводородов	Хлористый кальций, серноокислый натрий, серноокислый магний, пятиокись фосфора
Спирты	Углекислый калий, серноокислый натрий, серноокислый магний, окись кальция, сульфат меди
Альдегиды	Серноокислый натрий, серноокислый магний
Кетоны	Серноокислый натрий, серноокислый магний
Амины и другие органические основания	Едкое кали и едкий натр, окись кальция, углекислый кальций
Карбоновые кислоты	Серноокислый натрий, серноокислый магний
Сложные эфиры	Серноокислый натрий, серноокислый магний

Высушивание *вымораживанием* основано на свойстве воды при охлаждении образовывать кристаллы льда, которые отделяют сливанием жидкости или фильтрованием. Этим способом можно высушивать газы и жидкости.

Высушивание твердых веществ. Высушивание путем *испарения воды при низких температурах* применимо только для негигроскопических веществ, не выдерживающих нагревание. Для освобождения от растворителя вещество раскладывают тонким ровным слоем на фильтровальную бумагу, сложенную в несколько раз, покрывают сверху также листом фильтровальной бумаги и вручную отжимают вещество между листами бумаги. Окончательное удаление растворителя путем высушивания вещества на воздухе при комнатной температуре достигается лишь в течение нескольких часов (или даже 1–2 дней). Для этого отжатое вещество раскладывают тонким слоем на фильтровальную бумагу

и покрывают (но не завертывают в пакет) другим листом фильтровальной бумаги для защиты от пыли. Ускорить высушивание можно слабым нагревом или легким движением воздуха, создаваемого вентилятором.

В некоторых случаях высушивание твердых веществ с высокой температурой плавления проводят нагреванием их в фарфоровой чашке на водяной бане.

Высушивание при нагревании (обычно 105–110°C), или *испарение воды при нагревании*, — наиболее распространенный способ для высушивания твердых веществ. В этом случае часто пользуются сушильными шкафами. Если желательно избежать нагревания, например при высушивании веществ, разлагающихся при повышенной температуре, пользуются сушкой при пониженном давлении. При разрежении, создаваемом водоструйным насосом, и при температуре 15–25°C испарение воды осуществляется примерно с такой же скоростью, как при 100°C и атмосферном давлении.

Часто высушивание в вакууме сочетают с применением высушивающих средств, для чего служат вакуум-эксикаторы. В эксикаторах или вакуум-эксикаторах сушат также и гигроскопические органические вещества. В качестве водоотнимающего средства применяют хлорид кальция или фосфорный ангидрид.

При высушивании вещества в вакуум-эксикаторе с помощью водоструйного насоса создают минимальное разрежение, после чего кран вакуум-эксикатора закрывают и лишь изредка и ненадолго включают насос, чтобы компенсировать недостаточную герметичность прибора. При работе с вакуум-эксикатором необходимо обернуть его полотенцем перед присоединением к водоструйному насосу. Вещества, содержащие труднолетучие растворители, например ледяную уксусную кислоту или лигроин, перед высушиванием рекомендуется промыть легколетучим растворителем (эфиром, ацетоном, нефтяным эфиром).

Высушивание твердых веществ можно проводить органическими веществами (спирт, ацетон) при условии полной нерастворимости твердых веществ в жидкостях.

В приборе (рис. 39), который называется «пистолет Абдергальдена» (по другим источникам — «пистолет Фишера»), может быть достигнуто наиболее полное отделение твердого вещества от растворителя, в том числе и от кристаллизационносвязанного растворителя, кото-

рый в большинстве случаев не удаляется при высушивании вещества на воздухе или в вакуум-эксикаторе. Подлежащее осушке вещество помещается во внутреннюю трубку прибора. В реторту 5 помещают твердый поглотитель (например, P_2O_5 — для удерживания воды, КОН — для удерживания уксусной кислоты и т. д.). Внутреннее пространство прибора вакуумируется с помощью водоструйного или масляного насоса. В колбу 1 наливают воду или другую негорючую жидкость и доводят ее до кипения. Пары этой жидкости, конденсирующейся внутри рубашки 2, обогревают трубку с веществом, что способствует полному и быстрому высушиванию.

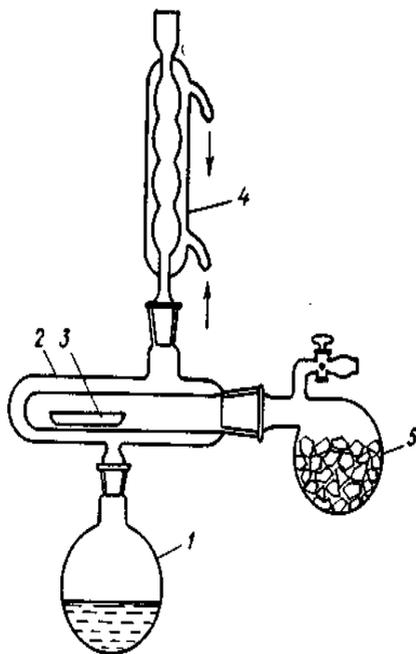


Рис. 39

Прокаливанием называют операцию нагревания твердых веществ до высокой температуры (выше $400^{\circ}C$). Целью прокаливания могут быть:

- освобождение от летучих примесей;
- достижение постоянной массы;
- проведение реакций при высоких температурах;
- озоление после предварительного сжигания органических веществ.

Прокаливание проводят, как правило, в фарфоровых, кварцевых, платиновых или других тиглях, которые нагревают в печах (муфельных или тигельных). Тигли нагревают постепенно. Во избежание потерь при прокаливании тигли обычно закрывают крышками. При озолении сначала при слабом нагревании сжигают вещество и уже после этого тигель закрывают крышкой.

Наиболее часто в лаборатории приходится прокалывать вещества с целью их обезвоживания, например $\text{CaCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \times 10\text{H}_2\text{O}$.

Прокаливание веществ с целью их обезвоживания можно вести на стальной сковороде, обогреваемой газом. Количество вещества должно быть небольшим, чтобы избежать потерь из-за возможного разложения.

В некоторых случаях прокалывание необходимо проводить в окислительной или восстановительной среде. Чаще всего для этого применяют трубчатые или специальные печи, через которые пропускают соответствующий газ из баллона. Для создания окислительной среды пропускают кислород, восстановительной – водород или оксид углерода. Нейтральную среду создают пропуская аргон или азот.

Во избежание ожогов при нагревании и прокаливании нельзя брать голыми руками нагретые предметы – колбы, стаканы, чашки, тигли и т. п. Нужно пользоваться полотенцем, напалечниками из резиновой трубки, специальными щипцами.

22. ВЫПАРИВАНИЕ. УПАРИВАНИЕ. ВОЗГОНКА

Операция удаления растворителя из растворов (водных и неводных) путем испарения с целью повышения концентрации – **упаривание**, а с целью выделения вещества – **выпаривание**.

Скорость испарения прямо пропорциональна поверхности испарения, поэтому процесс выпаривания проводят в фарфоровых, стеклянных или эмалированных чашках. Существенное влияние на процесс выпаривания оказывают температура, давление, перемешивание или циркуляция, а также толщина слоя жидкости. Более тонкие слои жидкости испаряются быстрее.

Если при высушивании удаляются остатки растворителя, то при упаривании и выпаривании берутся растворы веществ, в которых основным компонентом является растворитель.

Для упаривания хорошо использовать поверхностные инфракрасные испарители, которые не дают бурного кипения и обеспечивают равномерный нагрев. Процесс упаривания можно вести на песочной бане в стаканах, но не в конических колбах. Жидкость не должна занимать более $2/3$ – $3/4$ объема стакана. Упариваемый раствор следует иногда перемешивать стеклянной палочкой. Если при упаривании следует повысить концентрацию раствора, то предварительно необходимо подсчитать, до какого объема нужно упарить жидкость.

В тех случаях, когда растворенное вещество разлагается при нагревании, растворитель удаляют под вакуумом или применяя пленочное испарение. С увеличением разрежения температура кипения понижается и можно добиться того, что жидкость будет кипеть даже при комнатной температуре.

Сущность пленочного испарения заключается в том, что на стенке сосуда-испарителя образуют пленку раствора, что увеличивает поверхность испарения. Пленочное испарение можно проводить в сочетании с созданием вакуума при низкой температуре. Пленочные испарители бывают вертикальные или горизонтальные. Горизонтальные, в свою очередь, бывают постоянно вращающиеся.

Если при открытом выпаривании в выпаривательной чашке вещество «ползет» по стенкам чашки, для предотвращения этого необходимо обеспечить равномерность нагрева. Для предотвращения «ползучести» при выпаривании берут две фарфоровые чашки и ставят одну в другую. Причем внутренняя чашка должна быть меньше диаметром и более плоской.

Если высокая температура может привести к разложению вещества, выпаривание проводят под уменьшенным давлением. Процесс ведут в установке, которая состоит из закрываемой колпаком чашки, соединенной через холодильник и сборник с вакуум-насосом. Выпаривание органических жидкостей надо вести беспламенным способом.

Возгонка, или сублимация, — превращение твердого вещества в пар, минуя жидкое состояние. Возгонку применяют для очистки твердых веществ, характеризующихся высоким давлением пара, например йода, серы, нафталина, бензойной кислоты, некоторых солей аммония. Процесс можно вести при обычном или уменьшенном давлении. На рис. 40 изображены приборы для возгонки под обычным давлением (*a*) и под уменьшенным давлением (*b*).

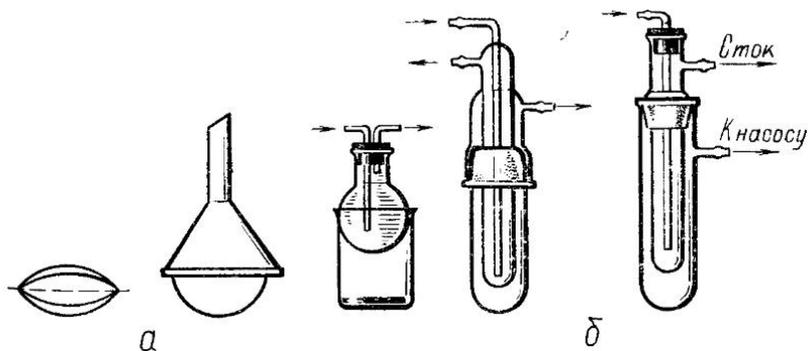


Рис. 40

При нагревании возгоняемое вещество будет кристаллизоваться на часовом стекле, стенках воронки или охлаждаемых сосудов.

23. ТЕХНИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ. ПЕРЕМЕШИВАНИЕ. СИНТЕЗ ВЕЩЕСТВ

В лабораторной практике часто приходится готовить растворы. Растворы подразделяются на истинные растворы и грубодисперсные (эмульсии, суспензии). В *истинных растворах* частички растворенного вещества не могут быть обнаружены оптическим путем, их размер меньше 10^{-7} см. *Суспензии* — дисперсные системы, в которых дисперсная фаза является твердой, а дисперсионная среда — жидкостью (например, мутная глинистая вода). *Эмульсия* — жидкость, в которой во взвешенном состоянии находятся микроскопические частицы другой жидкости (например, молоко, где капельки жира распределены в воде).

Коллоидные растворы занимают промежуточное положение между истинными растворами и грубодисперсными. Размеры коллоидных частиц от 10^{-5} до 10^{-7} см.

В лабораторной практике обычно применяют истинные растворы. Широко используются кислоты разной концентрации. Для приготовления растворов кислоту необходимо приливать тонкой струйкой к воде при непрерывном перемешивании.

При приготовлении растворов из твердых веществ последние предварительно следует измельчить в ступке, а затем отвесить необходимое

количество. Однако, если вещество гигроскопично (легко поглощает воду), его растворяют не измельчая. Если при растворении порошки всплывают, их предварительно смачивают небольшим количеством спирта, а затем добавляют растворитель.

Растворять твердые щелочи следует путем медленного прибавления их небольшими порциями к воде при непрерывном перемешивании. Брать руками щелочь запрещается, для этого нужно использовать фарфоровые ложечки, лопатки или бумажные совочки, кусочки можно брать пинцетом.

По характеру взятого растворителя различают растворы водные и неводные. Растворы большинства солей, щелочей и кислот готовятся водными.

При растворении смолистых веществ их нарезают на небольшие кусочки и постепенно вводят в растворитель. При растворении высокомолекулярных веществ первой стадией является набухание, а затем идет растворение.

Для приготовления растворов берут только чистые растворители. Если растворителем служит вода, то можно применять дистиллированную или деминерализованную воду, а в отдельных случаях – бидистиллят или специально очищенную дистиллированную воду. Посуда – стаканы или колбы – должна быть чистой. Для растворения следует применять по возможности чистые вещества.

Для приготовления приблизительных растворов можно использовать технические вещества, взвешивать на технических весах, отмеривать растворы пипетками, ведя пересчет по справочным данным по плотности.

Для приготовления точных растворов берут химически чистые препараты, взвешивание ведется на аналитических весах, разбавление проводят в мерных колбах. Для быстрого приготовления точных растворов применяют стандарт-титры (фиксаналы) – заранее приготовленные и запаянные в ампулы точные количества реактива, необходимые для приготовления раствора заданной концентрации.

При приготовлении водных растворов жидкостей берут определенные объемы жидкостей, отмеряя их с помощью мерного цилиндра или пипеток.

При приготовлении растворов после добавления всех составляющих их тщательно перемешивают круговым вращением колбы, с помощью стеклянной палочки или механического встряхивателя.

Растворение веществ в органических растворителях отличается от растворения в воде. Если используется летучий растворитель (диэтиловый эфир, ацетон, петролейный эфир и т. п.), нужно обеспечить условия, чтобы он не улетучился. Если растворяют в сухих (безводных) растворителях, то необходимо предотвратить попадание в растворитель влаги из воздуха.

Если вещество легко растворяется, то растворение ведут в сосуде с притертой пробкой. Вначале в сосуд вводят растворяемое вещество, затем добавляют растворитель. Пробку закрывают, и сосуд несколько раз встряхивают.

Если же растворение идет медленно, то раствор готовят в специальном приборе с мешалкой. Мешалки бывают самых разнообразных видов. Их присоединяют к электродвигателю через регулятор напряжения, позволяющий изменять скорость вращения мешалки.

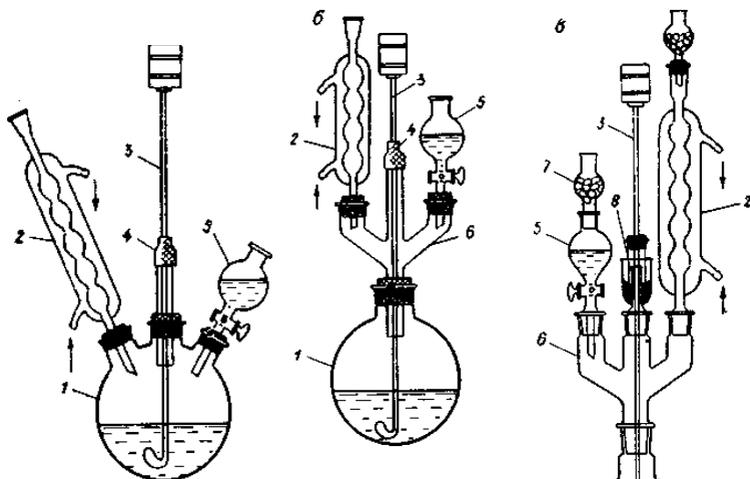


Рис. 41

Для ускорения растворения часто применяют нагревание, тогда к колбе присоединяют обратный холодильник для исключения испарения растворителя. На рис. 41 показаны приборы с мешалками, установленными различным способом. Приборы включают реакционную

колбу 1, обратный холодильник 2, мешалку 3, резиновый уплотнитель 4, капельную воронку 5.

Прибор *a* собран на трехгорловой колбе, прибор *b* собран с помощью простой круглодонной колбы и трехрогого форштоса 6. Прибор *в* оснащен хлоркальциевыми трубками 7 для предотвращения контакта с влагой воздуха и гидрозатвором 8 для герметизации места ввода мешалки в сосуд.

На рис. 42 показаны типы стеклянных мешалок.

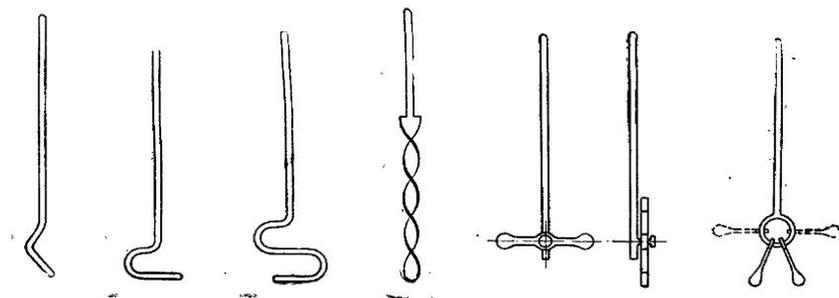


Рис. 42

Для вращения мешалок кроме электрических моторов применяют водяные турбины, воздушные моторы, приводимые в движение нагретым воздухом.

Рассмотренные выше приборы применимы и для проведения **синтеза веществ**. Реакции можно проводить несколькими способами в зависимости от природы веществ: 1) требуемые навески сразу смешиваются в реакционном сосуде перед началом реакции; 2) чаще всего один реагент помещают в реакционный сосуд, а второй постепенно добавляют в ходе реакции через капельную воронку; 3) в редких случаях оба реагента добавляют постепенно в ходе реакции (в этом случае необходимо установить две капельные воронки).

Твердое вещество вводят с помощью воронки для твердых веществ. Перемешивание можно вести и с помощью магнита, запаянного в капсулу, и магнитной мешалки, тогда колба обогревается через масляную баню. Применение магнитной мешалки предпочтительно при проведении реакций без доступа влаги.

Для проведения реакций в безводной среде устанавливаются хлор-кальциевые трубки на обратных холодильниках и капельных воронках. Обычно в качестве заполнителя используют силикагель, изменяющий свою окраску от голубой в сухом состоянии до розовой, когда необходима его регенерация. Можно использовать хлорид кальция, помещенный между двумя пробками из стекловаты. Стеклопосуда для проведения таких реакций должна быть тщательно высушена при 140°C , шлифы смазаны и хорошо притерты, установку собирают, пока стеклянные сосуды горячие, а охлаждение ведут с установленными хлор-кальциевыми трубками.

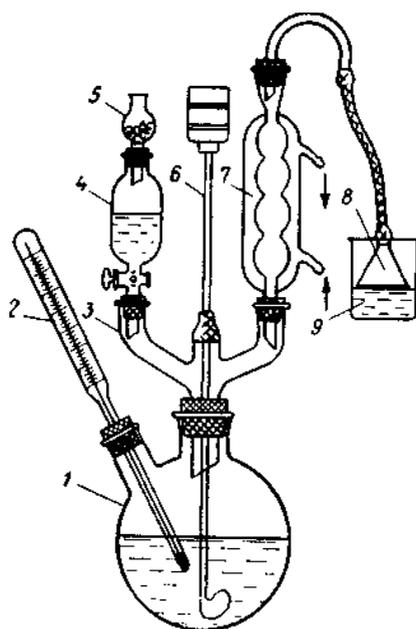


Рис. 43

Почти все препаративные реакции проводят в жидкой фазе. Поэтому важно знать температуру кипения растворителя и контролировать температуру синтеза. На рис. 43 изображен типичный прибор для проведения синтеза с установленным термометром. Вместо термометра иногда вводится источник пара для перегонки с паром. Газы, выходящие через холодильник, можно улавливать поглотителем 9 с помощью химической воронки 8.

При проведении реакции в инертной среде осуществляют продувку установки сухим инертным газом, обычно азотом. Для этого должно быть предусмотрено место подачи газа, т. е. еще один отросток на колбе. Вывод азота осуществляется через барботер, устанавливаемый на выходе из холодильника. Существует целый ряд приемов, обеспечивающих проведение реакций с реагентами, чувствительными к влаге и кислороду воздуха. Основная трудность при этом состоит в перенесении реакционноспособных жидкостей и твердых веществ. Для этого разработаны специальные устройства и правила.

24. АДСОРБЦИЯ И ЕЕ ПРИМЕНЕНИЕ В ЛАБОРАТОРНОЙ ПРАКТИКЕ

Под **адсорбцией** понимается процесс поглощения растворенного, жидкого или газообразного вещества сильно развитой поверхностью адсорбента. Процессы адсорбции широко применяются в химической практике, например адсорбция кофеина на активной глине, обесцвечивание окрашенных органических жидкостей, удаление примесей из растворов, очистка воздуха.

Адсорбенты разделяют на два типа.

1. *Гидрофобные*, или неполярные, адсорбенты лучше всего поглощают растворенное вещество из полярных растворителей, особенно из водных растворов. Типичным примером такого рода адсорбента является активированный уголь.

2. *Гидрофильные*, или полярные, адсорбенты дают лучшие результаты при применении неполярных или малополярных растворителей. К этой группе относятся силикагель, активные глины (алюмосиликаты), оксид алюминия (вернее, частично дегидратированный гидрат оксида алюминия).

Адсорбенты могут быть нейтральными либо обладать кислотными или основными свойствами. *Нейтральные адсорбенты*: карбонат кальция, сульфат магния, сахароза. *Основные адсорбенты*: оксид алюминия, оксид магния, оксид кальция. *Кислотные адсорбенты*: силикагель, алюмосиликаты (активные глины). Свойства оксида алюминия и некоторых активных глин могут меняться в зависимости от того, чем они были

предварительно обработаны – кислотами или щелочами. Поэтому эти вещества скорее относятся к амфотерным адсорбентам.

Существует целый ряд синтетических адсорбентов – это ионообменные смолы, представляющие собой полимерные вещества, содержащие разнообразные кислотные или основные функциональные группы. В зависимости от вида группы ионообменные смолы подразделяются на катиониты и аниониты.

При выборе условий опыта кроме характера адсорбента следует учитывать степень его активности и емкость, определяемую величиной поверхности, отнесенной к единице массы или объема. Однако более существенную роль играет правильный выбор растворителя, поскольку в некоторых случаях сам растворитель может легче адсорбироваться, чем растворенное в нем вещество.

Некоторые адсорбенты, так называемые «молекулярные сита», поглощают из раствора вещества в зависимости от молекулярной массы. Они обладают большим объемом пор и адсорбируют только такие соединения, молекулы которых способны проникнуть в поры поглотителя. Молекулы большого размера такими адсорбентами не задерживаются.

В качестве «молекулярных сит» применяют некоторые природные алюмосиликаты, известные под названием цеолиты. Синтетические «молекулярные сита», или сефадексы, представляют собой полимеры декстрана.

Для обесцвечивания окрашенных жидкостей или удаления примесей чаще всего применяют различные сорта активированного угля, которые обладают различной пористостью. Практически уголь адсорбирует в той или иной степени все вещества, поэтому применение его в больших количествах может привести к потере основного вещества, подвергаемого очистке.

Большое значение имеет кислотность (рН) среды. Амфотерные вещества адсорбируются лучше при рН от 3 до 6. Изменение рН не оказывает влияния на адсорбцию неэлектролитов. Активированный уголь всегда содержит довольно много влаги, поэтому, если присутствие влаги должно быть исключено, необходимо предварительно его высушить, лучше всего в вакууме.

Кроме активированного угля в качестве обесцвечивающих адсорбентов могут использоваться различные активные глины, силикагель, оксид алюминия.

Обычно для обесцвечивания раствор непродолжительное время нагревают с адсорбентом, после чего фильтруют. Того же результата можно достигнуть и без нагревания, оставив смесь при комнатной температуре примерно на сутки. Если процесс адсорбции протекает достаточно быстро, то целесообразно просто фильтровать обесцвечиваемую жидкость через слой адсорбента, находящегося на фильтре.

Явление различной адсорбируемости органических веществ положено в основу адсорбционной хроматографии. Принцип хроматографического разделения заключается в том, что при пропускании какого-то раствора или смеси жидких веществ через высокую, сравнительно узкую колонку, заполненную адсорбентом, вещества поглощаются в зависимости от степени адсорбируемости в определенной последовательности, но в то же время обратимо.

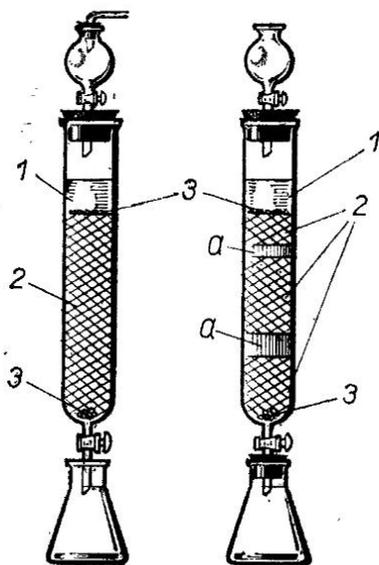


Рис. 44

На рис. 44 показана хроматографическая колонка. В стеклянную трубку (можно бюретку) на дно перед сужением помещают кусочек стеклянной ваты 3. Сорбент 2 засыпают мелкими порциями в предва-

рительно налитый растворитель или же заливают сильно взмученную суспензию сорбента в растворителе. Верхнюю часть сорбента также закрывают тампоном из стеклянной ваты. После того как растворитель стечет и достигнет верхнего края сорбента (колонка никогда не должна оставаться сухой), через колонку пропускают исследуемый раствор. Затем заливают чистый элюент, при пропускании которого происходит разделение веществ на цветные зоны (а).

25. РЕАКТИВЫ. ВОЗМОЖНЫЕ ВИДЫ ОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ХИМИЧЕСКИМИ ВЕЩЕСТВАМИ

Работа в химической лаборатории неразрывно связана с применением химических реактивов. По своему назначению реактивы могут быть разделены на две основные группы – общепотребительные и специальные.

Общепотребительные реактивы имеются в любой лаборатории, к ним относятся кислоты (соляная, азотная, серная), щелочи (раствор аммиака, едкий натр, едкий калий), оксиды кальция и бария, ряд солей (например, хлориды натрия, кальция, аммония, сульфаты меди, бария, аммония, нитраты натрия, аммония, серебра), индикаторы (метиловый оранжевый, фенолфталеин).

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 технические (техн.), очищенные (оч.), особой чистоты (ос.ч.), высшей очистки (в.оч.) и спектрально чистые (сп.ч.). Для реактивов каждой категории установлено определенное допустимое содержание примесей.

Наиболее употребительные реактивы, например кислоты, могут быть расфасованы в бутылках по 20 литров. Переносить и хранить такие бутылки необходимо в деревянных обрешетках. Для переливания жидкостей необходимо применять сифоны. Простая конструкция сифона представляет собой резиновую пробку, в которую вставляются две стеклянные трубки, одна – длинная – должна быть погружена в жидкость,

вторая — короткая — не касаться жидкости. Сверху трубок надеваются резиновые шланги. Шланг от длинной трубки вставляется в сосуд, куда необходимо отлить жидкость, а в шланг от короткой трубки нагнетается воздух, например резиновой грушей.

Иногда в качестве сифона применяют резиновую трубку, к нижнему концу которой присоединяют стеклянный тройник. 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 резиновой грушей засасывают раствор. Как только жидкость заполнит боковой отвод тройника, зажим отпускают, отнимают палец от нижнего конца трубки и дают жидкости стечь.

Необходимо следить, чтобы на всех банках с реактивами были этикетки с обозначениями, что находится в банке, или надписи, сделанные карандашом по стеклу. Если на банке с реактивом нет этикетки или надписи, такой реактив использовать нельзя, так как это может привести к серьезным последствиям.

Твердые реактивы в банках могут слеживаться 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 не рассыпается, тогда, открыв пробку, разрыхляют верхний слой фарфоровым шпателем или стеклянной палочкой. Металлический шпатель для этих целей применять не рекомендуется. Брать реактив из банки можно фарфоровыми ложкой или шпателем. Иногда используют совочек, изготовленный из бумаги.

Просыпавшийся на стол реактив никогда нельзя высыпать обратно в банку. Забота о сохранении чистоты реактивов — самое главное правило при работе с ними. Не следует путать пробки от склянок, содержащих различные реактивы.

При хранении гигроскопических веществ или веществ, которые могут изменяться под воздействием воздуха, банки должны быть герметизированы. Для этого пробки заливают парафином, менделеевской замазкой или сургучом.

Реактивы, изменяющиеся под действием света (например, соли серебра), хранят в желтых или темных склянках, иногда вставленных в картонные коробки.

Есть реактивы, которые нельзя хранить в стеклянной таре. Например, для хранения фтористоводородной кислоты применяют полиэтиленовые бутылки.

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), или другими приемами.

Некоторые реактивы способны самовоспламеняться, к ним относятся белый или желтый фосфор, пироформные металлы, металлорганические соединения (например, этилат алюминия). При этом хранить белый фосфор под слоем воды можно длительное время.

К огнеопасным реактивам относятся эфиры (диэтиловый, амиловый и др.), спирты (метиловый, этиловый, бутиловый и др.), углеводороды (бензин, газолин, петролейный эфир, керосин и др.), ароматические соединения (бензол, толуол, ксилол), сероуглерод, ацетон и др.

Самовоспламеняющиеся и огнеопасные вещества следует хранить только в специальной таре, в специально отведенных отдельных местах, при определенных условиях.

Нельзя хранить вместе вещества-окислители (марганцевокислый калий, перекись водорода, концентрированные хлорную и азотную кислоты) с веществами-восстановителями (уголь, сера, крахмал, фосфор и др.).

Взрывоопасными свойствами обладают соли хлорной кислоты, ацетилениды серебра и меди, азиды тяжелых металлов, нитросоединения, соли гремучей кислоты ($\text{H-O-N}=\text{C}$) и др. Все эти вещества требуют особых условий хранения. В лаборатории не должно быть большого запаса таких веществ.

Практически любое химическое вещество при попадании его в организм оказывает токсическое действие — отравление. Едкие химические вещества, например кислоты или щелочи, при попадании на кожу вызывают химические ожоги.

В лабораторной практике для многих химических соединений, природных продуктов или их смесей часто используют технические или торговые названия. Ниже дана расшифровка некоторых из них.

Таблица 3

1. Адский камень (или ляпис) – AgNO_3	27. Литопон – смесь BaSO_4 и ZnS
2. Аммиачная селитра – NH_4NO_3	28. Магнезия жженная – MgO
3. Английская соль – $\text{MgSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$	29. Массикот – PbO , β -модификация желтого цвета
4. Белильная известь – CaOCl_2	30. Медный купорос – $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$
5. Белый мышьяк – As_2O_3	31. Мел (мрамор) – CaCO_3
6. Берлинская лазурь – $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$	32. Мумия – Fe_2O_3 с примесями
7. Бертолетова соль – KClO_3	33. Нашатырный спирт – водный раствор $\text{NH}_3(\text{NH}_4\text{OH})$
8. Бланфикс – BaSO_4	34. Нашатырь – NH_4Cl
9. Бура – $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$	35. Норвежская селитра – $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$
10. Гипосульфит – $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}$	36. Оксилит – Na_2O_2
11. Глет – PbO , α -модификация красного цвета	37. Пергидроль – водный раствор H_2O_2 (30%)
12. Горькая соль – $\text{MgSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$	38. Поташ – K_2CO_3
13. Едкий барий – BaOH	39. Серная печень – Na_2S или K_2S ,
14. Едкий натр – NaOH	40. Серный цвет – сера (S)
15. Едкое кали – KOH	41. Синий камень – $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$
16. Железный купорос – $\text{FeSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$	42. Сода кальцинированная – Na_2CO_3
17. Желтая кровяная соль (желтое синькали) – $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$	43. Сода питьевая – NaHCO_3
18. Известь гашеная (или пушонка) – $\text{Ca}(\text{OH})_2$	44. Сулема – HgCl_2
19. Известь негашеная (жженная), кипелка – CaO	45. Сурик свинцовый – Pb_3O_4
20. Каломель – Hg_2Cl_2	46. Тинкал – $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$
21. Карбид – CaC	47. Титановые белила – TiO_2
22. Карборунд – SiC	48. Турнбулиева синь – $\text{Fe}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$
23. Каустик (каустическая сода) – NaOH	49. Хлорная известь – CaClO_2
24. Киноварь – HgS	50. Хромпик калиевый – $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
25. Красная кровяная соль (красное синькали) – $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$	51. Царская водка – смесь 1 объема конц. HNO_3 с 3 объемами конц. HCl
26. Купоросное масло – H_2SO_4	

Библиографический список

1. Агрономов, А.Е., Лабораторные работы в органическом практикуме / А.Е. Агрономов, Ю.С. Шабаров. – М. : МГУ, 1971. – 231 с.
2. Бабков, А.В. Практикум по общей химии с элементами количественного анализа / А.В. Бабков, Г.Н. Горшков, А.М. Кононов. – М. : Высш. шк., 1978. – 168 с.
3. Барсукова, З.А. Аналитическая химия / З.А. Барсукова. – М. : Высш. шк., 1990. – 320 с.
4. Воскресенский, П.И. Техника лабораторных работ / П.И. Воскресенский. / Л. : Химия, 1970. – 720 с.
5. Гороновский, И.Т. Краткий справочник по химии / И.Т. Гороновский, Ю.П. Назаренко, Е.Ф. Некряч. – Киев : АН УССР, 1996. – 660 с.
6. Зоркий, П.М. О фундаментальных понятиях химии / П.М. Зоркий // Соросовский образовательный журнал. – № 9. – 1996. – С. 47.
7. Костин, Н.В. Техника безопасности работы в химических лабораториях / Н.В. Костин. – М. : МГУ, 1966. – 346 с.
8. Леснова, Е.В. Практикум по неорганическому синтезу / Е.В. Леснова, О.А. Вишнякова. – М. : Высш. шк., 1985. – 192 с.
9. Лурье, Ю.Ю. Справочник по аналитической химии / Ю.Ю. Лурье. – М. : Химия, 1989. – 448 с.
10. Мусакин, П.А. Оборудование химических лабораторий : справочник / П.А. Мусакин, Ф.Ю. Рачинский, К.Д. Суглобова. – Л. : Химия, 1978. – 480 с.
11. Соловьев, Ю.И. История химии. Развитие химии с древнейших времен до конца XIX века / Ю.И. Соловьёв. – М. : Просвещение, 1983. – 368 с.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Круг интересов химии.....	3
2. История химии и техники лабораторных работ.....	5
3. Химическая лаборатория. Общие правила безопасной работы в лаборатории.....	6
4. Оборудование химической лаборатории. Организация рабочего места.....	10
5. Дистиллированная вода. Необходимость и способы её получения.....	13
6. Виды и назначение стеклянной посуды. Пластиковая посуда.....	14
7. Стеклянная мерная посуда.....	22
8. Виды и назначение фарфоровой и высокоогнеупорной посуды.....	25
9. Металлическое оборудование. Соединительные элементы для сбора установок.....	26
10. Необходимость и способы мытья химической посуды.....	27
11. Необходимость и способы сушки химической посуды.....	29
12. Нагревание. Приборы и оборудование, диапазоны их нагрева и предназначение.....	30
13. Техника охлаждения.....	33
14. Термометры разного назначения. Правила работы с термометрами.....	34
15. Весы. Правила взвешивания.....	38
16. Необходимость и способы измельчения твердых веществ. Смешивание.....	42
17. Основы, способы и техника фильтрования.....	45
18. Дистилляция, цель, правила, установки.....	50
19. Экстракция: цель, виды. Выщелачивание. Зонная плавка.....	55
20. Кристаллизация, перекристаллизация.....	59

21. Способы высушивания. Прокаливание.....	62
22. Выпаривание. Упаривание. Возгонка.....	67
23. Техника приготовления растворов. Перемешивание. Синтез веществ.....	69
24. Адсорбция и ее применение в лабораторной практике.....	74
25. Реактивы. Возможные виды опасности при работе с химическими веществами.....	77
Библиографический список.....	81

Учебное издание

ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Учебное пособие

для студентов, обучающихся по специальности 020101.65
«Химия» и по направлению 240401.62
«Химическая технология и биотехнология»

Составитель *Авдякова Ольга Сергеевна*

Редактор *Т.Д. Савенкова*

Технический редактор *З.М. Малявина*

Вёрстка: *Л.В. Сызганцева*

Дизайн обложки: *Г.В. Карасева*

Подписано в печать 21.10.2010. Формат 60×84/16.

Печать оперативная. Усл. п. л. 5,25. Уч.-изд. л. 4,9.

Тираж 50 экз. Заказ № 1-36-10.

Тольяттинский государственный университет
445667, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14

