



ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ В ХИМИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЯХ



Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный университет»
Институт естественных наук
Кафедра фундаментальной и прикладной химии

Л.В. Трубачева, И.С. Черепанов, А.В. Трубачев,
С.Ю. Лоханина, Е.М. Корепанова

ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ В ХИМИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЯХ

Учебно-методическое пособие



Ижевск
2018

УДК 54(075.8)
ББК 24-3я73
Л 125

Рекомендовано к изданию редакционно-издательским советом УдГУ

Рецензент: к.х.н., доцент С.П. Чернова

**Трубачева Л.В., Черепанов И.С., Трубачев А.В.,
Лоханина С.Ю., Корепанова Е.М.**

Л 125 Лабораторная посуда и оборудование в химических лабораториях: учебно-методическое пособие. – Ижевск: Издательский центр «Удмуртский университет», 2018. 154 с.

ISBN 978-5-4312-0657-3

Учебно-методическое пособие «Лабораторная посуда и оборудование в химических лабораториях» предназначено для студентов и специалистов химических лабораторий, использующих в практической работе разнообразные виды химической посуды и оборудования из стекла и фарфора, стеклоуглерода и других современных материалов.

Сведения о лабораторной посуде, представленные в пособии, соответствуют требованиям нормативных документов РФ.

УДК 54(075.8)
ББК 24-3я73

ISBN 978-5-4312-0657-3

© Л.В. Трубачева, И.С. Черепанов,
А.В. Трубачев и др., 2018

© ФГБОУ ВО «Удмуртский
государственный университет», 2018

Содержание

Введение.....	4
I Посуда из стекла.....	7
1.1 Виды стекла для химической посуды и оборудования. Основные требования.....	7
1.2 Стекланные лабораторная посуда и оборудование	11
1.2.1 Посуда лабораторная стеклянная.....	12
1.2.2 Оборудование лабораторное стеклянное.....	21
1.3 Мерная посуда из стекла и проверка ее вместимости.....	53
1.3.1 Пипетки. Бюретки. Мерные колбы.....	54
1.3.2 Цилиндры. Мензурки. Градуированные пробирки.....	68
1.3.3 Определение вместимости стеклянных мер (средств измерения, мер)	73
1.4 Лабораторная посуда из кварцевого стекла.....	78
II Оборудование и лабораторная посуда из фарфора.....	81
III Металлическое оборудование и посуда.....	91
IV Посуда из новых материалов.....	99
4.1 Лабораторная посуда и изделия из пластмассы...	99
4.2 Посуда из стеклоглерода.....	106
V Список литературы.....	109
Приложения.....	113
Приложение 1. Обозначение посуды и оборудования в соответствии с требованиями ГОСТ 25336, 29251, 29252, 29227 – 29230, 1770, 9147.....	114
Приложение 2. Основные сведения об оборудовании и методах, используемых при проведении органических синтезов, разделении и очистке веществ.....	122
Приложение 3. Термометры разного назначения. Правила работы с термометрами.....	136
Приложение 4. Материалы для фильтрования.....	140

Введение

Посуда для химических исследований – это основа деятельности химика-экспериментатора. Химические лаборатории располагают большим разнообразием сосудов и емкостей, выполненных из разных материалов и отличающихся конфигурацией, объемом и назначением. Каждый из этих предметов выполняет собственную функцию. Залогом успешного эксперимента является правильный выбор вида посуды. В зависимости от сферы применения химическую посуду, как правило, разделяют на три группы: мерная, общего назначения (немерная) и специальная.

Особенностью **мерной посуды** является наличие градуировки, ряда метрологических характеристик и использование без нагревания, в обычных лабораторных условиях. К этому виду посуды относятся пипетки для работы с жидкостями и газами; бюретки; мерные колбы; цилиндры; мензурки; стаканы и пробирки.

Посуда общего назначения – одна из многочисленных групп посуды, в которую входят все виды пробирок, стаканов, колб, в которых можно нагревать исследуемые вещества и их растворы. К этой же категории посуды относятся толстостенные пробирки и колбы; фильтровальные, капельные и делительные воронки разной формы – цилиндрической, шарообразной, грушевидной; кристаллизаторы; склянки, стаканчики для взвешивания и хранения веществ и т.д. Все эти виды химической посуды универсальны и используются практически в каждой лаборатории.

Для решения ряда исследовательских задач применяют **специальные виды посуды**, такие как колбы Кьельдаля, Вюрца, Бунзена, Эрленмейера; аллонжи; дефлегматоры; эксикаторы; кристаллизаторы; холодильники – прямые и обратные; аппараты Сокслета, Киппа; пикнометры; склянки Тищенко, Зайцева, Дрекслея, Вульфа; водоструйные вакуумные насосы; промывалки и т.п.

Самая распространенная в химических лабораториях **посуда** выполнена **из стекла**. Стекло отличается от других материалов своей однородной структурой, прозрачностью, удобством очистки, устойчивостью к агрессивным средам и малым коэффициентом теплового расширения. Для изготовления химической посуды используется стекло разного состава и разных марок – это зависит от требований проводимых исследований. Например, для изготовления посуды, которая должна выдерживать высокие температуры, часто используется кварцевое стекло.

Ряд преимуществ имеет **фарфоровая посуда**: она более термостойкая, чем стеклянная, прочнее ее, выдерживает резкие перепады температур, химически стойкая. Поэтому из фарфора изготавливают посуду, которая предназначена для выпаривания растворов, прокаливания веществ при высоких температурах (выпарительные чашки, тигли). Также из фарфора выпускают ступки с пестиками, стаканы и кружки, воронки Бюхнера для фильтрования под вакуумом, ложки и шпатели.

В настоящее время большую популярность завоевала **посуда из полимерных материалов**. Она имеет высокую механическую прочность и химически устойчива по отношению к кислотам, щелочам, спиртам, альдегидам и другим органическим веществам. Преимуществом перед другими видами посуды состоит в том, что лабораторная пластиковая посуда обладает гидрофобной и адгезионной поверхностью.

Из пластика изготавливают стерильные и нестерильные емкости, одноразовые пипетки Пастера, чашки Петри, шпатели, серологические планшеты. Пластиковые промывалки, банки для реактивов, бутылки Вульфа с нижним краном, а также мерные стаканы, мензурки, цилиндры из полипропилена, колбы, пробирки, воронки – вот далеко не

полный ассортимент современной пластиковой посуды, предлагаемой разными производителями.

В лабораториях применяется также **оборудование из металлов**. Например, чашки и тигли из серебра, платины, алюминия, никеля, стали. Для крепления приборов, колб, холодильников и воронок используют металлические штативы с набором муфт, лапок, колец; треноги. Для захватывания горячих тиглей используют специальные тигельные щипцы, пинцеты. Для пережимания резиновых трубок в лабораториях имеются зажимы Мора и Гофмана.

С этим большим разнообразием химической посуды и оборудования должен быть знаком каждый химик, проводящий практические экспериментальные исследования, знать приемы работы с ними и методы их очистки от разных типов загрязнений.

І Посуда из стекла

1.1 Виды стекла для химической посуды и оборудования.

Основные требования

Стекло́нная химическая посуда изготавливается из стекла специальных марок. Стекло получают путем переохлаждения расплава, состоящего из смеси различных оксидов, поэтому стекла имеют названия по основному компоненту:

Названия видов стекол	Основной компонент стекла
Силикатные	Оксид кремния SiO_2
Боратные	Оксид бора B_2O_3
Фосфатные	Оксид фосфора P_2O_5
Комбинированные	Например, боросиликатные

Наиболее распространены **силикатные стекла**, они состоят более, чем на 60% из диоксида кремния. Вторым компонентом этого вида стекла является оксид кальция - (5-10)%, который придает стеклу блеск и химическую стойкость. Также в состав силикатных стекол входят оксиды натрия (от 2 до 17%) и калия (от 2 до 9 %). Стекло, которое состоит на 99,9% из оксида кремния, называется *кварцевым* и относится к тугоплавким. Такое стекло мало чувствительно к изменению температуры, устойчиво к действию различных кислот (кроме плавиковой и фосфорной).

Натриевое стекло («содовое») – это силикатное стекло для обычной химической посуды.

Калиевое («поташное») стекло – обладает высокой термостойкостью.

Натриево-калиевое стекло – обладает высокой химической стойкостью.

К термостойким (огнеупорным) стеклам также относятся *боросиликатные стекла*, например, тугоплавкое боросиликатное стекло «*пирекс*», которое имеет высокую механическую и химическую прочность. Оно содержит не менее 80% SiO_2 , (12-13)% B_2O_3 , (3-4)% Na_2O и (1-2)% Al_2O_3 .

Этот вид стекла известен под разными названиями: ТС (Россия); корнинг (США); дюран 50, йенское стекло G20 (Германия); гизиль, монекс (Англия), совирель (Франция), симакс (Чехия).

Температура размягчения стекла «пирекс» около 800°C. Стекло «пирекс» практически непроницаемо до 600°C для таких газов, как водород, гелий, кислород и азот в отличие от кварцевого стекла. Фтороводородная и нагретая фосфорная кислоты, водные растворы щелочей (NaOH, KOH - даже 5%-ные) разрушают стекло «пирекс». От резкого охлаждения посуда из этого стекла не разрушается.

В России химико-лабораторное стекло изготавливается в соответствии с ГОСТ 21400 и подразделяется на следующие группы:

- ТС – термически стойкое (стекло боросиликатное 3,3*);
- ХС – химически стойкое 1-го, 2-го и 3-го классов;
- ТХС - термически и химически стойкое 1-го и 2-го классов.

Способность стекла противостоять разрушающему действию воды, растворов солей, влаги и газов атмосферы называется *химической стойкостью* стекла. Стойкость стекла к действию щелочей называется щелочестойкостью, к действию кислот - кислотостойкостью. С увеличением содержания в стекле оксидов щелочных металлов (Na₂O или K₂O) химическая стойкость стекла снижается. Повышению химической стойкости способствует введение в состав стекла оксидов цинка, циркония, магния, бария.

В таблицах 1 и 2 представлены *химический состав* и *термическая стойкость* химико-лабораторного стекла.

Химическую стойкость стекла определяют по разности массы образца до и после испытания. Для испытания готовят порошок из стекла или берут массивный образец стекла, взвешивают его и затем кипятят в агрессивной среде, чаще всего в растворах NaOH, Na₂CO₃, HCl и дистиллированной воде. После опыта образец высушивают

и взвешивают. Потеря в массе стекла характеризует его химическую стойкость.

Таблица 1 Состав основных марок химико-лабораторного стекла, в %

Группа стекла	Марка стекла	SiO ₂	B ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	BaO	Na ₂ O	K ₂ O	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂
XC1	№ 29	68,8		3,7	7,5	3,5	3,5	10	3,0	0,2	
XC2	Л-80	71,5	2,0	2,5	6,5	2,5		14,5	0,5		
XC3	АМ	72,0		1,5	10,0	2,5		14,0			
ТХС1	ТХС1	72,4	8,4	3,6	2,0		4,5	5,1	1,8		1,9
ТХС2	Л-50	74,5	6,6	5,5	0,7		4,5	4,2	4,0		
ТС	Пирекс	80,64	12,0	2,0	0,36			4,0	1,0		
	Пирекс	80,5	12,0	2,0	0,5		4,0	1,0			

Также химическую стойкость определяют титрованием кислотой (HCl) того раствора, в котором было обработано испытуемое стекло. В этом случае химическая стойкость характеризуется количеством кислоты, затраченной на титрование: чем больше израсходовано кислоты на титрование, тем меньше химическая стойкость стекла (таблица 3).

Таблица 2 Термическая стойкость стекла

Группа стекла	Термическая стойкость стекла, °С, не менее*	Средний коэффициент линейного теплового расширения в интервале температур от 20 до 300 °С, $d \cdot 10^{-7}$ град ⁻¹ [по ГОСТ 10978-2014]
XC1, XC2, XC3	120	Не более 94
ТХС1, ТХС2	190	Не более 55
ТС	250	33±1

*Термостойкость стекла определяется измерением разности температур, при которой наступает разрушение нагретого образца стекла при быстром его охлаждении в воде.

Таблица 3 Химическая стойкость стекла (по ГОСТ 21400)

Среда	Нормы расхода и потери	Химическая стойкость стекла по группам					
		XC1	XC2	XC3	ТХС1	ТХС2	ТС
Дистиллированная вода при температуре $(98 \pm 0,5)^\circ\text{C}$	Расход 0,01 н. раствора HCl на титрование, $\text{см}^3/\text{г}$	От 0 до 0,1	От 0 до 0,2	От 0,2 до 0,8	От 0 до 0,1	От 0 до 0,2	От 0 до 0,1
20,4%-ный раствор HCl при кипячении в течение 6 ч	Потери массы образца стекла, $\text{мг}/\text{см}^3$	От 0 до 0,004	От 0 до 0,005	От 0 до 0,006	От 0 до 0,005	От 0 до 0,007	От 0 до 0,004
Смесь 1 н. раствора Na_2CO_3 и 1 н. раствора NaOH при кипячении в течение 3 ч	Потери массы образца стекла, $\text{мг}/\text{см}^3$, не более	0,75	1,0	1,1	0,9	1,2	1,5

В зависимости от способности стекол противостоять разрушающему действию воды и других агрессивных растворов их подразделяют на гидролитические классы, которые определяются количеством HCl, пошедшим на титрование.

Гидролитические классы стекол (расход 0,01 М HCl, см^3):

- I - не изменяемые водой стекла0—0,32;
- II - устойчивые стекла 0,32—0,65;
- III - твердые аппаратные стекла0,65—2,8;
- IV - мягкие аппаратные стекла2,8—6,5;
- V - неудовлетворительные стекла6,5 и больше.

Кварцевое стекло относится к I гидролитическому классу, имеет наибольшую химическую стойкость. Химико-лабораторные стекла, как правило, относятся ко II-му классу. Большинство промышленных стекол принадлежит к III-му гидролитическому классу.

*У боросиликатного стекла высокая химическая стойкость, стойкость к высокой температуре, малый коэффициент линейного расширения – 3,3. Боросиликатное стекло 3,3 устойчиво к воздействию практически всех известных веществ. Оно имеет высокую устойчивость к водным растворам солей, органическим веществам, галогенам (хлор, бром), к большинству кислот. Только несколько веществ способно причинить поверхности стекла заметные повреждения - это плавиковая кислота, концентрированная фосфорная кислота и концентрированные растворы щелочей при высокой температуре. При комнатной температуре 30%-й раствор гидроксида натрия не разрушает боросиликатное стекло 3,3.

Химическая стойкость силикатных стекол в основном определяется содержанием в них оксида кремния. Он значительно увеличивает химическую стойкость стекла, а щелочные оксиды, как правило, понижают ее.

Поэтому при подборе химических составов стекол руководствуются тем, в каких условиях они будут использоваться.

1.2 Стекланные лабораторная посуда и оборудование

Стекланная лабораторная посуда и оборудование изготавливаются в соответствии с требованиями стандарта ГОСТ 23932. Основные параметры и размеры изделий из стекла должны быть соблюдены по ГОСТ 25336 и выполнены из химико-лабораторного стекла по ГОСТ 21400. Допускается изготовление лабораторной посуды из медицинского стекла - по ГОСТ 19808. Стекло может иметь слабый оттенок. Стекланные изделия из стекла групп ХС и ТХС - пробирки, спиртовки, холодильники - должны выдерживать перепады температур в диапазоне (60-100) °С; из стекла группы ТС (стаканы, чашки, воронки, дефлегматоры и т.п.) - до 200 °С.

Не допускаются дефекты на поверхности и в толще стекла в виде окарины, мошки, нитевидной свирли, узлов, трещин, пузырей в диаметре более (3-6) мм. Края стекланных изделий должны быть ровно обрезаны или зашлифованы. Дно должно быть плоским или слегка вогнутым, а изделия не должны опрокидываться при наклоне горизонтальной поверхности на 15°.

На каждое изделие из стекла наносят следующие данные:

- а) товарный знак предприятия-изготовителя;
- б) матовая поверхность для нанесения лабораторных надписей (если требует характер изделия);
- в) класс фильтра на изделиях с фильтром;
- г) на колбах и стаканах - номинальная вместимость, в см³.

Детали с индивидуальной шлифовкой нумеруются одним номером для каждой пары.

1.2.1 Посуда лабораторная стеклянная

Стаканы и стаканчики для взвешивания

Стаканы представляют собой цилиндры различной емкости с носиками и без них (исполнение 1 и 2) (рис.1). Они предназначены для приготовления растворов, проведения химических реакций осаждения, для выпаривания жидкостей.

Стаканы подразделяются по типам - на высокие (тип В) и низкие (тип Н). Края стаканов имеют воронкообразную развертку. Иногда стаканы имеют утолщенный ранд и наплыв стекла на нем.

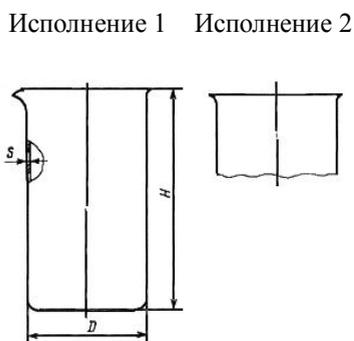


Рис.1 Стаканы

Номинальная вместимость стаканов является условной величиной: при заполнении стаканов ниже края до 10 мм она должна быть равна или больше номинальной – 5, 10, 25, 50, 100, 150, 250, 400, 600, 800, 1000, 2000, 3000, 5000 см³ (мл).

Стаканы с номинальной вместимостью 100 см³ и более могут иметь шкалу *ориентировочной вместимости*.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) (рис.2) предназначены для взвешивания и хранения веществ. Они изготавливаются двух типов - высокие СВ и низкие СН.

Стаканчики и крышки к ним имеют взаимозаменяемые, в соответствии с ГОСТ 8682, конусы горловин - 14/8, 19/9, 24/10, 34/12 - для типа СВ, а для типа СН – 34/12, 45/13, 60/14, 85/15.

Высота стаканчиков типа СВ допускается от 30 до 65 мм, для типа СН – не более 50 мм

Тип СВ

Тип СН

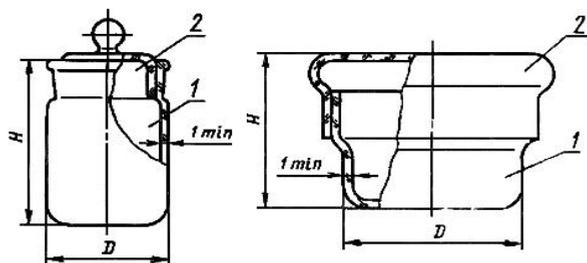


Рис.2 Стаканчики для взвешивания

1 - стаканчик, 2 - крышка

Колбы

Колбы предназначены для использования в лабораториях с целью проведения препаративных и аналитических работ: для фильтрования, выпаривания, перегонки, разгонки, дистилляции, синтезов, для проведения реакций в ходе процедуры титрования.

В соответствии с ГОСТ 25336 колбы выпускаются следующих типов:

К - *круглодонные* с взаимозаменяемыми конусами (исполнение 1), без взаимозаменяемых конусов и с цилиндрическими горловинами (исполнение 2) (рис.3);

П - *плоскодонные* с взаимозаменяемыми конусами (исполнение 1), без взаимозаменяемых конусов и с цилиндрическими горловинами (исполнение 2) (рис. 4);

Исполнение 1

Исполнение 2

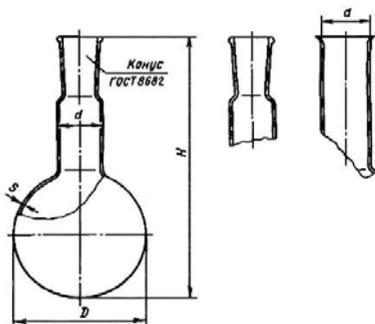


Рис.3 Колба - Тип К

Исполнение 1

Исполнение 2

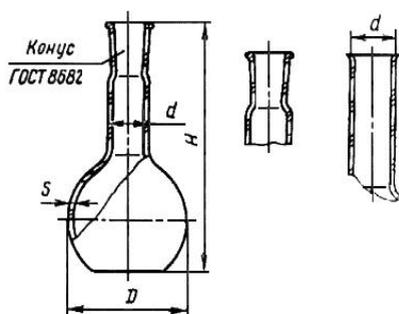


Рис.4 Колба - Тип П

КГУ-2 - *круглодонные с двумя горловинами*, расположенными под углом, с взаимозаменяемыми конусами (исполнение 1) и без взаимозаменяемых конусов (исполнение 2) (рис.5);

КГУ-3 - *круглодонные с тремя горловинами*, расположенными под углом, с взаимозаменяемыми конусами (исполнение 1) и без взаимозаменяемых конусов (исполнение 2) (рис. 6);

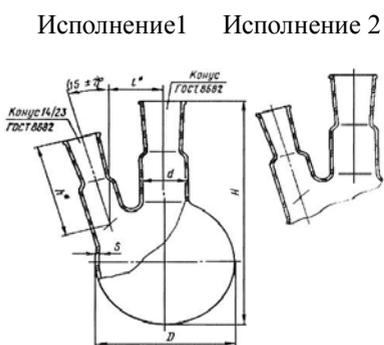


Рис.5. Колба - Тип КГУ-2

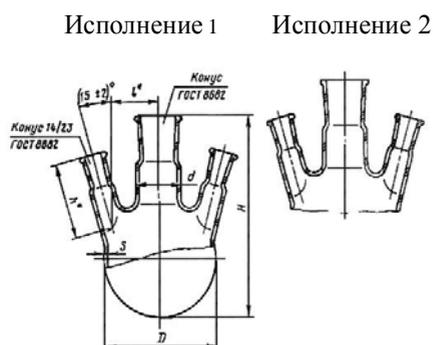


Рис.6. Колба - Тип КГУ-3

КГП-3 – *круглодонные с тремя горловинами*, расположенными параллельно, с взаимозаменяемыми конусами (исполнение 1) и без взаимозаменяемых конусов (исполнение 2) (рис. 7);

КГП-4 – *круглодонные с четырьмя горловинами*, расположенными параллельно, с взаимозаменяемыми конусами (рис. 8);

Кн – *конические (колбы Эрленмейера)* с взаимозаменяемыми конусами (исполнение 1), без взаимозаменяемых конусов и с цилиндрическими горловинами (исполнение 2) (рис.9);

Гр - *грушевидные* с взаимозаменяемыми конусами (рис.10);

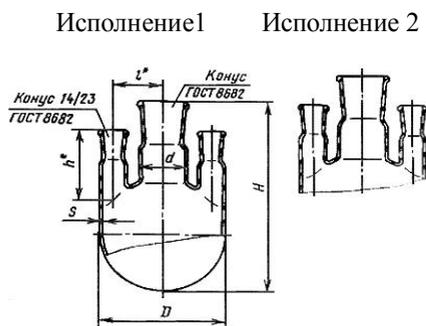


Рис.7. Колба - Тип КГП-3

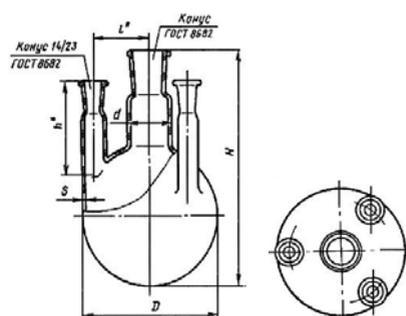


Рис.8. Колба - Тип КГП-4

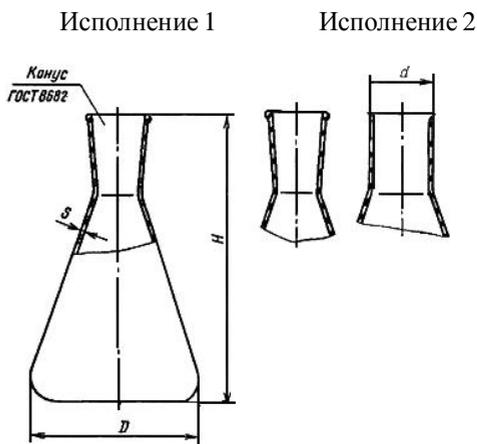


Рис.9 Колба - Тип Кн

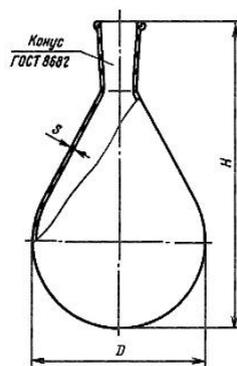


Рис.10 Колба - Тип Гр

Кельдаля - грушевидные с взаимозаменяемыми конусами (исполнение 1) и с цилиндрическими горловинами (исполнение 2) (рис.11);

О - *остродонные* с взаимозаменяемыми конусами (рис.12);

ОГ-2 – *остродонные* с двумя горловинами и с взаимозаменяемыми конусами (рис.13);

ОГ-3 – *остродонные* с тремя горловинами с взаимозаменяемыми конусами (исполнение 1) и без взаимозаменяемых конусов (исполнение 2) (рис.14);

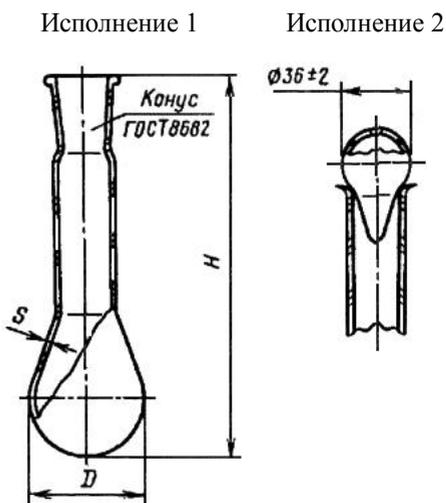


Рис.11 Колба Кельдаля

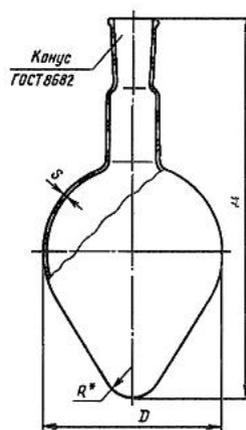


Рис.12 Колба - Тип О

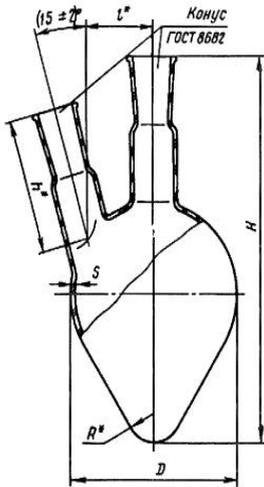


Рис.13 Колба - Тип ОГ-2

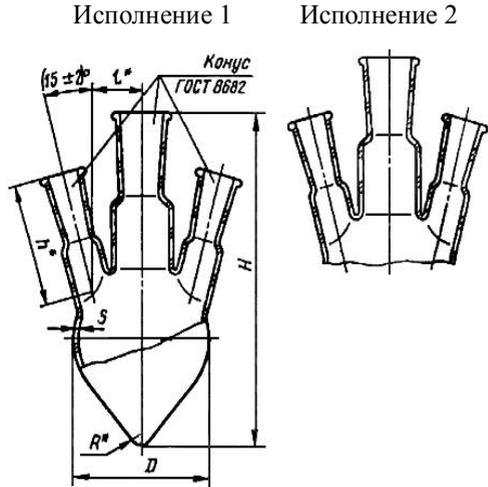


Рис.14 Колба - Тип ОГ-3

КП - *круглодонные для перегонки* (колбы Вюрца), с взаимозаменяемыми конусами (исполнение 1) и без взаимозаменяемых конусов (исполнение 2) (рис.15);

ОП - *остродонные для перегонки* с взаимозаменяемыми конусами (рис.16);

КРН - *круглодонные для разгонки нефти и нефтепродуктов* (колба Энглера) (рис.17);

Исполнение 1 Исполнение 2

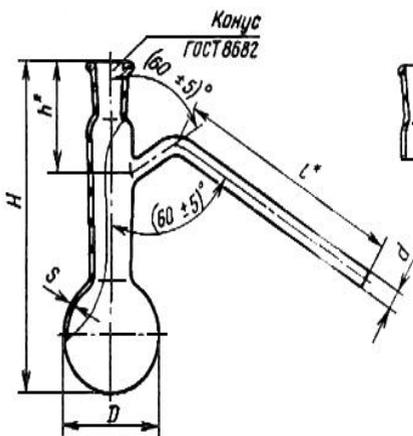


Рис.15 Колба - Тип КП

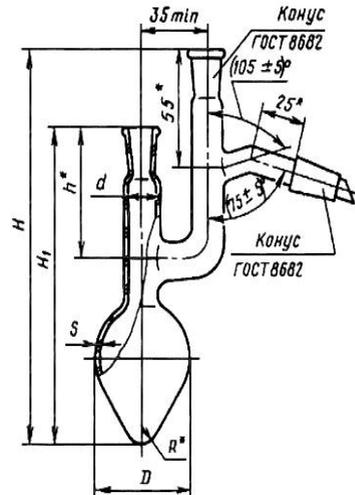


Рис.16 Колба - Тип ОП

Колбы Фаворского - предназначены для перегонки, в том числе фракционной, при атмосферном давлении и при остаточном давлении 13,3 гПа (10 мм рт. ст.). Дефлегматор должен иметь по окружности чередующиеся в шахматном порядке конусные наколы - по 4 в ряду, расположенные наклонно к оси под углом не менее 30° (рис.18). Смежные наколы наклонены друг к другу. При этом верхние наколы наклонены вниз, а нижние – вверх. Дефлегматор начинается нижними наколами, а заканчивается верхними;

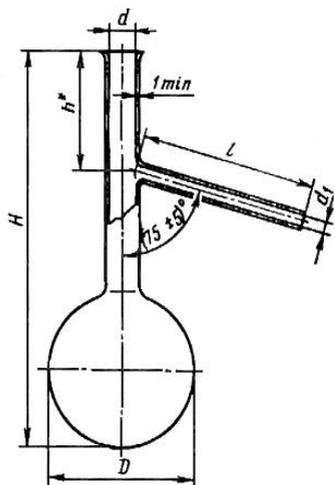


Рис.17 Колба - Тип КРН

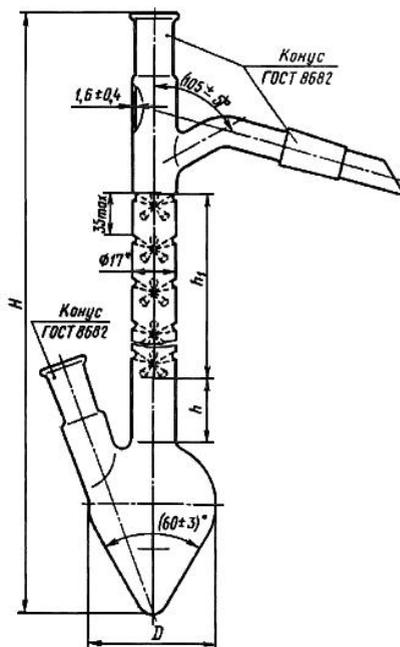


Рис.18 Колба Фаворского

Колбы с тубусом (колбы Бунзена) (рис. 19) предназначены для фильтрования с применением вакуум-насоса. Они изготавливаются с взаимозаменяемым конусом и без него в верхней части колбы. Колбы должны выдерживать предельное остаточное давление не более 13,33 гПа (10 мм рт.ст.). Для того чтобы защититься от осколков при возможном взрыве колбы, на ее наружную стенку наклеивают по спирали липкую пленку из поливинилхлорида таким образом, чтобы каждый

последующий слой был наложен на половину предыдущего.

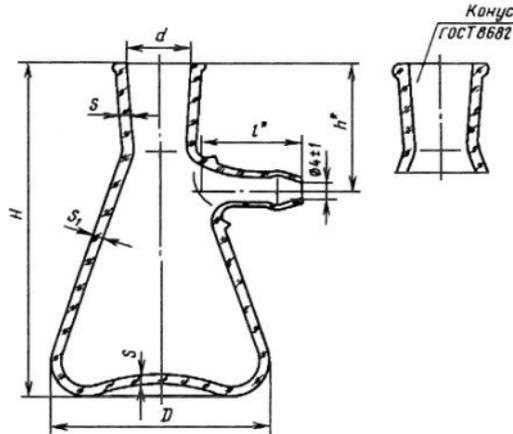


Рис.19 Колба с тубусом

Пробирки

Пробирки предназначены для лабораторных работ с небольшим количеством веществ. Они представляют собой узкие цилиндрической формы сосуды с закругленным дном различной величины и диаметра и из различного стекла. Как правило, лабораторные пробирки изготавливают из легкоплавкого стекла, но для особых работ, когда требуется нагревание до высоких температур - из кварцевого стекла.

При проведении реакций в пробирке не следует применять реактивы в слишком большом количестве. Совершенно недопустимо, чтобы пробирка была наполнена до краев - достаточно бывает 1/4 или даже 1/8 ее емкости. В тех случаях, когда в пробирку нужно ввести твердое вещество, полоску бумаги шириной чуть меньше диаметра пробирки складывают вдвое по длине и в полученный совочек насыпают нужное количество твердого вещества. Пробирку держат в левой руке, наклонив ее горизонтально, и вводят в нее совочек почти до дна. Затем пробирку ставят вертикально и слегка ударяют по ней. Когда все твердое вещество высыплется, бумажный совочек вынимают.

Для перемешивания налитых реактивов пробирку держат большим и указательным пальцами левой руки за верхний конец и поддерживают ее средним пальцем, а указательным пальцем правой руки ударяют косым ударом по низу пробирки. Этого достаточно, чтобы содержимое ее было хорошо перемешано. Недопустимо закрывать пробирку пальцем и встряхивать ее в таком виде; при этом можно повредить кожу пальца, получить химический ожог. Если пробирка наполнена жидкостью больше чем на половину, содержимое перемешивают стеклянной палочкой.

В тех случаях, когда содержимое пробирки нужно нагреть, ее следует зажать в специальном держателе. При сильном нагревании пробирки жидкость быстро вскипает и выплескивается из нее, поэтому нагревать нужно осторожно. Когда начнут появляться пузырьки, пробирку следует отставить и, держа ее не в пламени горелки, а около него или над ним, продолжают нагревание горячим воздухом. При нагревании открытый конец пробирки должен быть обращен в сторону от работающего и от соседей по столу.

Когда не требуется сильный нагрев, пробирку с нагреваемой жидкостью лучше опустить в горячую воду. Маленькие пробирки для полумикроанализа нагревают только в горячей воде, налитой в стеклянный стакан.

Выпускают пробирки следующих типов (рис. 20):

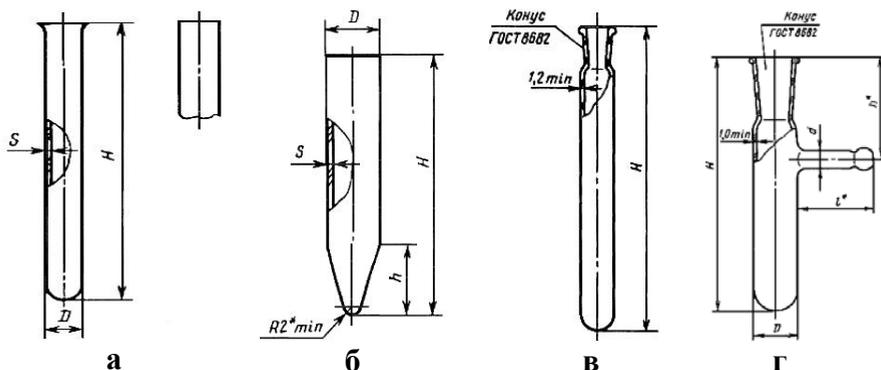


Рис.20. Пробирки типа а - П1,П2,П2Т; б - П3; в - П4; г - П40

П1 - цилиндрические с развернутым краем;

П2 - цилиндрические;

П2Т - цилиндрические толстостенные;

П3 – остродонные (конические);

П4 - с взаимозаменяемым конусом;

П40 - с взаимозаменяемым конусом и отводом

Чашки предназначены для химико-лабораторных и биологических работ, они изготавливаются следующих типов (рис.21):

ЧКЦ - кристаллизационные цилиндрические;

ЧВП - выпарные плоскодонные сферические;

ЧВК - выпарные круглодонные сферические;

ЧБВ - биологические (чашка Коха), с крышками высокие;

ЧБН - биологические (чашка Петри), с крышками низкие.

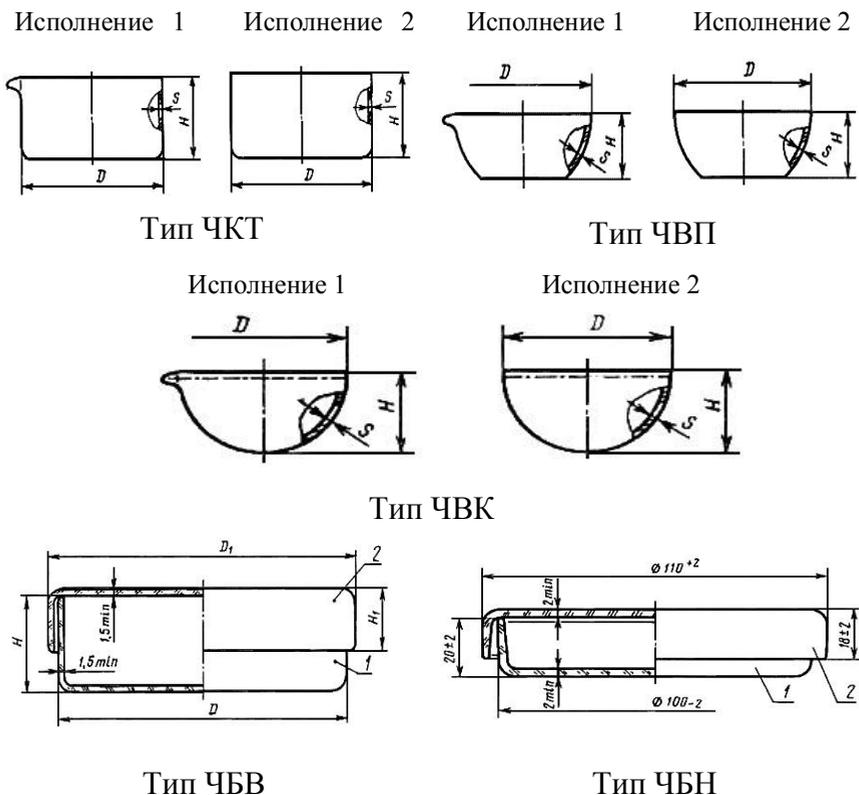


Рис.21. Виды чашек 1 – чашка, 2 – крышка

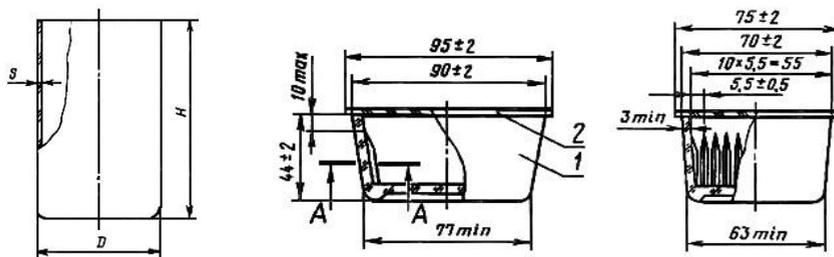
Сосуды, ванны, кюветы предназначены для лабораторных и исследовательских работ. Этот вид стеклянной посуды выпускается следующих типов (рис.22):

СЦ - сосуды цилиндрические;

СП - сосуды прямоугольные;

ВП - ванны прямоугольные;

КП - кюветы прямоугольные ребристые.



Типы СЦ и СП

Типы ВП и КП

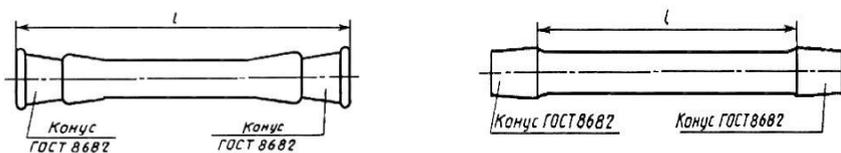
Рис.22. Сосуды, ванны, кюветы

1.2.2 Оборудование лабораторное стеклянное

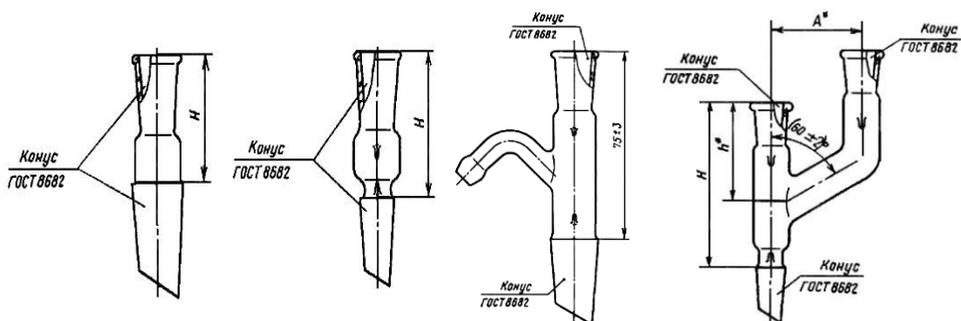
Соединительные элементы в химических лабораториях используются для сборки различных установок, аппаратов, лабораторных приборов, поэтому они выпускаются с взаимозаменяемыми конусами. К соединительным элементам относятся *прямые элементы* с муфтами и кернами; *переходы* с одной, двумя, тремя горловинами; *изгибы* под углами 75°, 90°, 105° с кернами и муфтами; керны и *муфты* с прямым или изогнутым отводом. Некоторые соединительные элементы приведены на рис. 23 в качестве примеров.

К соединительным элементам также относятся разнообразные *аллонжи (приемники)*, которые выпускаются как прямые, так и изогнутые, с отводами и без них, аллонжи «паук» типа АП и АКП. Их применяют в приборах и установках для перегонки, например, для соединения холодильника с приемником. Некоторые виды алонжей приведены на рис.24.

Прямые элементы с двумя муфтами и двумя кернами



Переходы с одной и двумя горловинами



Изгибы и прямой керн

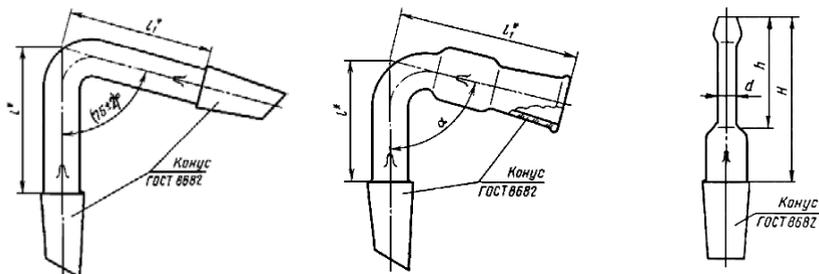
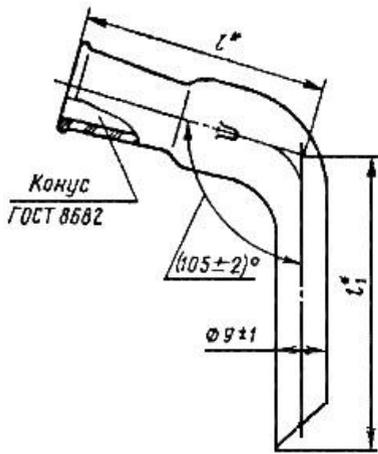
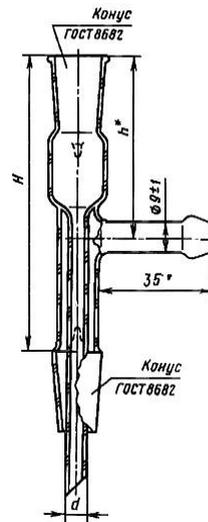


Рис.23 Примеры соединительных элементов

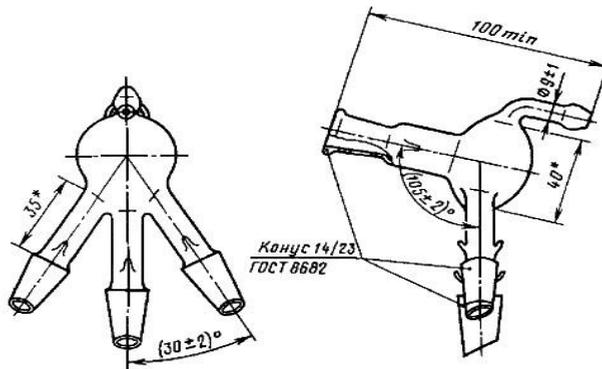
В установках для перегонки веществ, синтеза и т.п. применяют Т- и У-образные соединительные трубки и различные насадки с одной или двумя горловинами.



Изогнутый типа АИ



Прямой с отводом АО



«паук» типа АП

Рис.24. Алонжи

Нижняя часть насадок, предназначенная для стекания жидкости, обрезается под углом не более 60° к центральной оси (см. рис. 25).

Насадка, представляющая собой У-образную (двурогую) или Ш-образную (трёхрогую) насадку на колбу, называется форштоссом. Современные форштоссы выполняются целиком из термостойкого стекла, имеют один внешний шлиф,

соответствующий диаметру горла колбы и два или три внутренних шлифа.

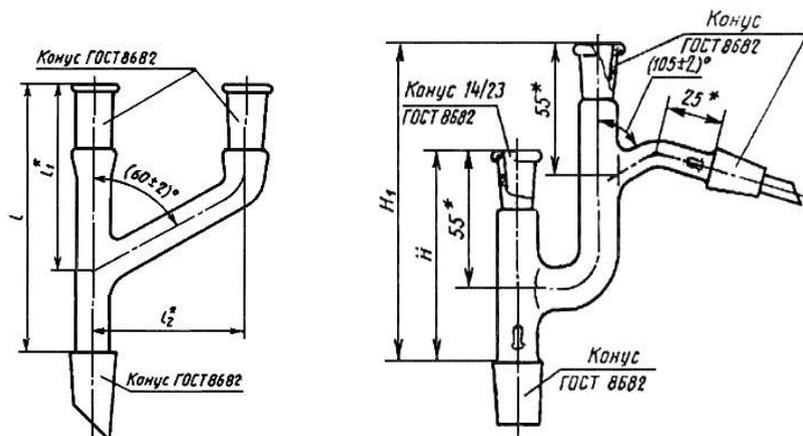


Рис. 25. Насадки типа Н3 (насадка Аншютца) и Н2 (насадка Кляйзена)

Применяется в химических лабораториях как элемент конструкции при сборке приборов.

Нижний притёртый шлиф насадки (шлиф-кern) входит в шлиф-муфту колбы-источника. Две верхние муфты используются для установки термометра, капельной воронки для загрузки в колбу-источник жидких реагентов, а также для загрузки сыпучих реагентов при синтезе и дистилляционной перегонке веществ. Форштосс в сочетании с колбой в большинстве случаев может быть заменён двугорлой или трёхгорлой колбой.

Насадка Вюрца и *Насадка Кляйзена* элементы конструкции для дистилляционной перегонки жидкостей (в том числе под вакуумом) и синтеза химических веществ. Соединительный элемент между колбой-источником и холодильником прямого типа. Нижний притёртый шлиф насадки (шлиф-кern) входит в шлиф-муфту колбы-источника. Kern отвода со шлифом входит в муфту холодильника. Муфта насадки используется для установки термометра, установки капельной воронки для загрузки в колбу-источник жидких

реагентов, а также для загрузки сыпучих реагентов при синтезе и дистилляционной перегонке веществ.

Хлоркальциевые трубки

В каждой химической лаборатории широкое применение имеют *хлоркальциевые трубки*. Их используют в лабораторных установках и для защиты некоторых веществ и растворов, в том числе дистиллированной воды, от атмосферных газов, пыли, влаги. Хлоркальциевые трубки заполняют твердыми веществами, которые способны поглощать влагу или газы. Эти стеклянные изделия бывают трех типов:

ТХ-П и ТХ-А – прямая, с одним шаром, под пробку или с взаимозаменяемым конусом (исполнение 2);

ТХ < 45° – изогнутая под углом 45°;

ТХ-У – U-образная с отводами и без них (рис. 26).

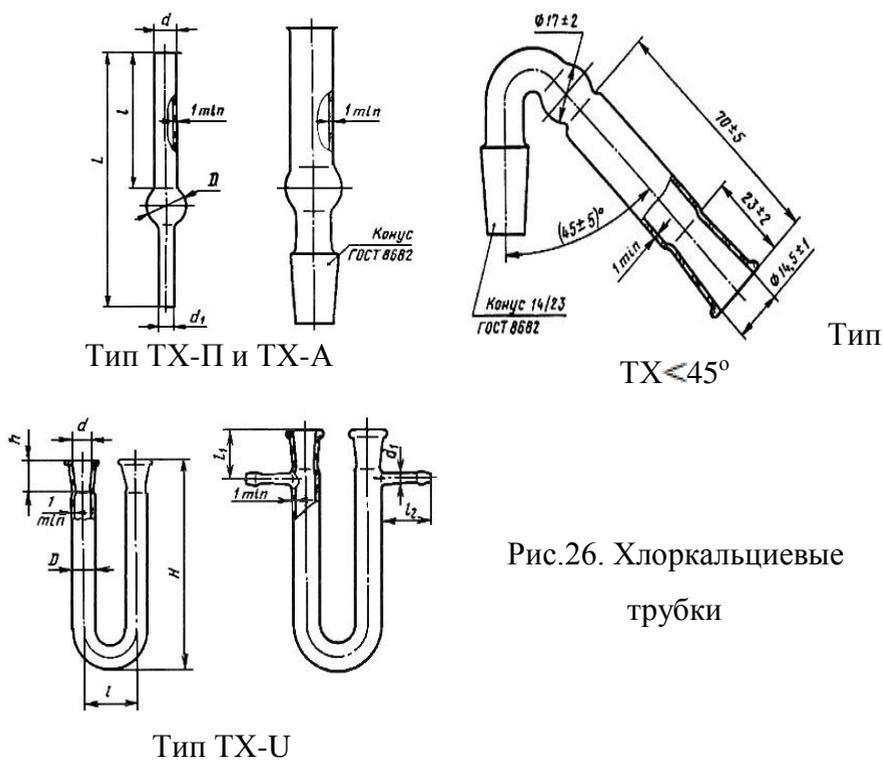


Рис.26. Хлоркальциевые трубки

Для наполнения хлоркальциевой трубки типа ТХ-П или ТХ< 45° предварительно в шарообразную часть кладут кусочек ваты так, чтобы она заполнила шарик на 1/2 его объема. Затем насыпают поглотительную смесь до конца трубки на 1-1,5 см, сверху кладут слой ваты и закрывают пробкой с вставленной в нее стеклянной трубкой.

В качестве наполнителей используют

- свежeproкаленный хлорид кальция - для поглощения паров воды;

- натронную известь (смесь гидроксидов натрия и кальция) - для поглощения диоксида углерода, паров воды.

Для получения натронной извести в лабораторных условиях негашёную известь СаО гасят концентрированным раствором гидроксида натрия, который прибавляют в соотношении 1 часть NaOH на 2 части СаО. Масса выпаривается досуха в железной чашке, слабо прокаливается в железном же тигле, разбивается на куски и просеивается через сита с целью рассортировки их по величине зерна и отделения от мелочи. Натронную известь хранят в хорошо закрытых сосудах, иначе она портится, притягивая влагу и углекислый газ из воздуха.

Воронки - предназначены для переливания жидкостей, для фильтрования растворов, в том числе горячих; для разделения несмешивающихся жидкостей; пересыпания дисперсных порошков и других работ.

Воронки выпускают следующих типов:

В - лабораторные;

ВР - с ребрами;

ВФ - для фильтрования;

ВП - для порошков;

ВПр - предохранительные

ВСП - для собирания паров;

ВК - капельные;

ВД – делительные.

Основные параметры и размеры воронок представлены на рисунках 27 и 28.

Нижняя часть воронок, предназначенная для стекания жидкости, должна быть обрезана под углом не более 60° к центральной оси, зашлифована или оплавлена.

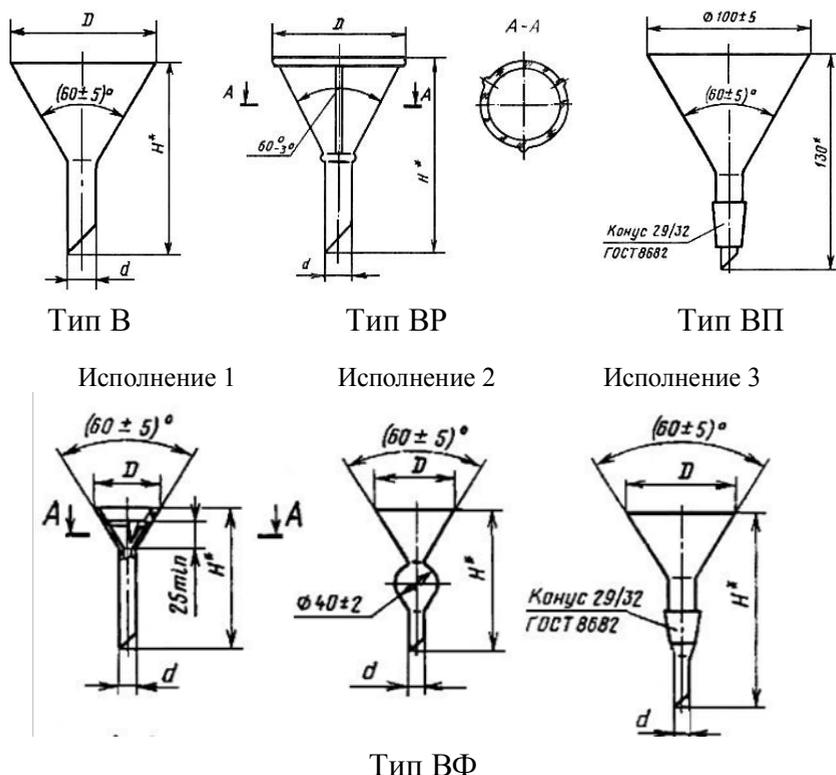
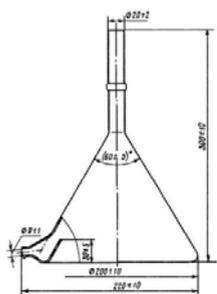


Рис 27. Воронки лабораторные, тип В; с ребрами, тип ВР; для порошков, тип ВП; для фильтрования исполнения 1,2,3, тип ВФ; для сбора паров, тип ВСП



Тип ВСП

Делительные воронки бывают различного размера и различной емкости – от 10 до 1000 см³ (рис.28), с укороченным концом. Они применяются для разделения органической и неорганической фаз двух несмешивающихся жидкостей, снабжаются пробками из

пластика или стекла и не имеют нижнего керна; это простое устройство для жидкостной экстракции. Кран капельных воронок должен легко проворачиваться. Поэтому его смазывают специальной смазкой (допускается вазелин) и привязывают к горлышку воронки тонкой проволокой или ниткой.

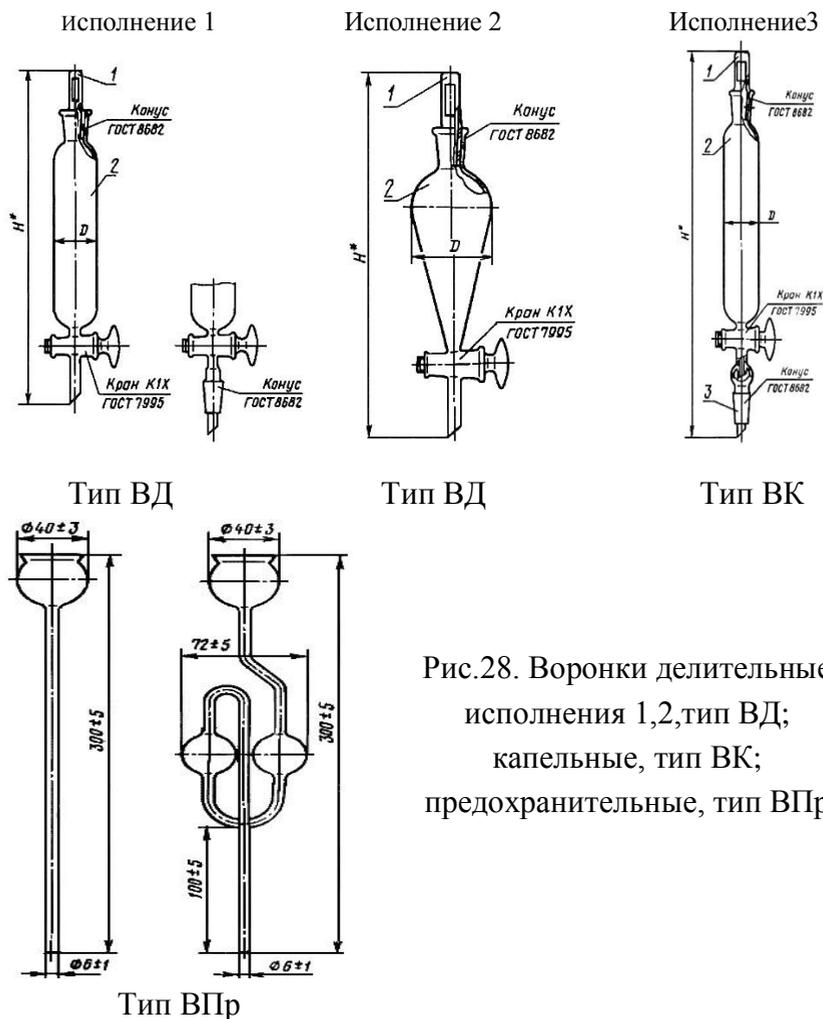


Рис.28. Воронки делительные
исполнения 1,2,тип ВД;
капельные, тип ВК;
предохранительные, тип ВПр

Верхнее отверстие как делительных, так и капельных воронок, закрывается притертой стеклянной пробкой (рис.28 поз.1).

Фильтры и изделия с фильтрами

Фильтры из спекшегося стеклянного порошка представляют собой пористую пластинку определенной

зернистости. Изделия с фильтрами предназначены для быстрого фильтрования растворов, в том числе горячих, и очистки газов с применением вакуумного насоса.

В зависимости от *размера пор* фильтры подразделяются на *классы*:

Класс	ПОР 500	ПОР 250	ПОР 160	ПОР 100	ПОР 40	ПОР 16	ПОР 10	ПОР 3,0	ПОР 1,6	ПОР 1,0
Размеры пор, мкм	250 - 500	160 - 250	100 - 160	40 - 100	16 - 40	10 - 16	3,0 - 10	1,6 - 3,0	1,0 - 1,6	до 1,0

Фильтр должен быть равномерно впаян в изделие, не должен иметь непропаянных мест и заплавленных пор. Изготавливают фильтры различной формы:

- ФКП - круглые плоские; ФПЦ - патронные цилиндрические;
- ФКВ - круглые выпуклые; ФПК - патронные конические;
- ФК - квадратные; ФКБ - конические
- ФП - прямоугольные; бактериологические

Стеклянные изделия с фильтрами подразделяют на следующие типы:

воронки фильтрующие (воронки Шотта) (рис. 29):

ВФ - с взаимозаменяемыми конусами (исполнение 2) и без взаимозаменяемых конусов (исполнения 1, 3);

ВФО - с отводом и взаимозаменяемым конусом;

ВФОТ – обратные.

Воронки без шлифа вставляются в сосуд-приемник через резиновую пробку. Для фильтрования при пониженном давлении следует использовать приемный сосуд с отводом, например, колбу Бунзена.

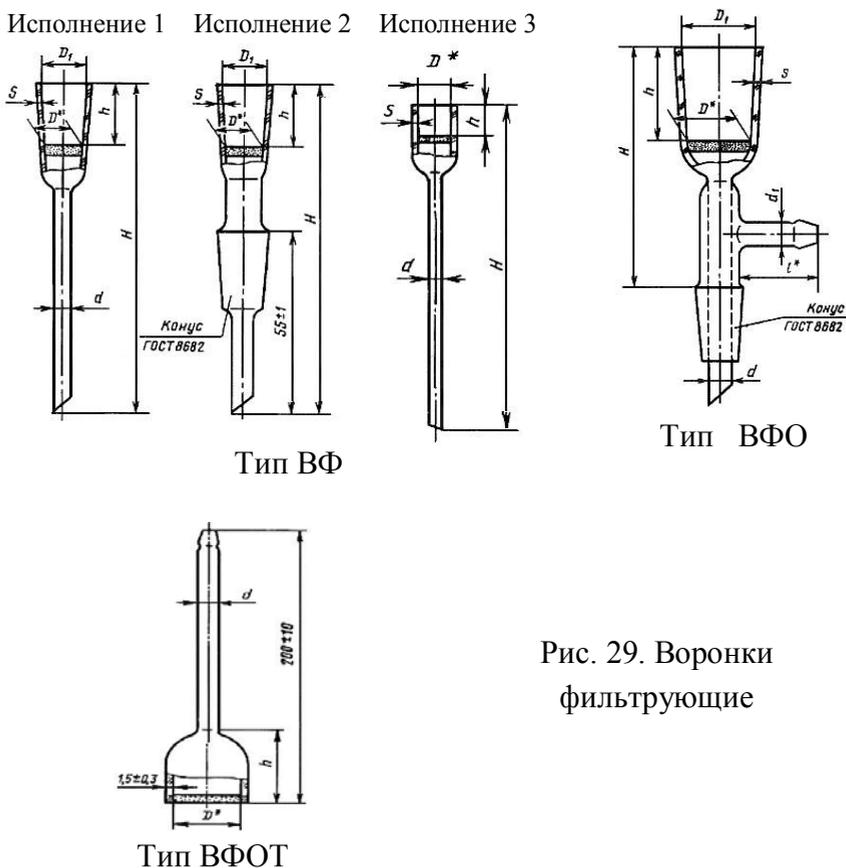


Рис. 29. Воронки фильтрующие

На рис. 30 представлены следующие стеклянные изделия с фильтрами:

ТФ - *тигли* фильтрующие;

ГФП - *газопромыватели* с прямым отводом;

ГФИ - *газопромыватели* с изогнутым отводом;

ФГ - *фильтры* газовые.

При этом нижняя часть изделий с фильтрами, предназначенная для стекания жидкости, должна быть обрезана под углом не более 60° , зашлифована или оплавлена.

Процедуру фильтрования жидкости через стеклянные фильтры проводят под вакуумом, поэтому процесс происходит быстро. При необходимости количественного определения массы осадка тигли (воронки) с осадками и без сушат в сушильном шкафу при определенной температуре (от

110 до 300 °С), затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. По разности масс находят массу осадка.



Рис. 30. Фильтрующие тигли, газопромыватели, фильтры газозольные

Новые фильтры необходимо промыть горячим раствором соляной кислоты (1:1), а затем горячей водой.

Для очистки стеклянных фильтров от осадков их промывают большим объемом подходящего растворителя под небольшим давлением с использованием водоструйного насоса или резиновой груши. Например, осадок хлорида серебра можно вымыть раствором аммиака или тиосульфата натрия. Для удаления плохо отмывающихся органических загрязнений или следов органических примесей стеклянные фильтры очищают хромовой смесью, для этого фильтр замачивают в хромовой смеси целиком или заполняют фильтр

и дают хромовой смеси стечь самостоятельно, дополнительное давление в этом случае не прикладывается.

Капельницы

Капельницы предназначены для дозировки индикаторов и других растворов и изготавливаются в трех исполнениях (рис. 31):

- 1 - с баллоном (Ранвье);
- 2 - с колпачком (Страшейна);
- 3 - с клювиком и взаимозаменяемым конусом (Шустера).

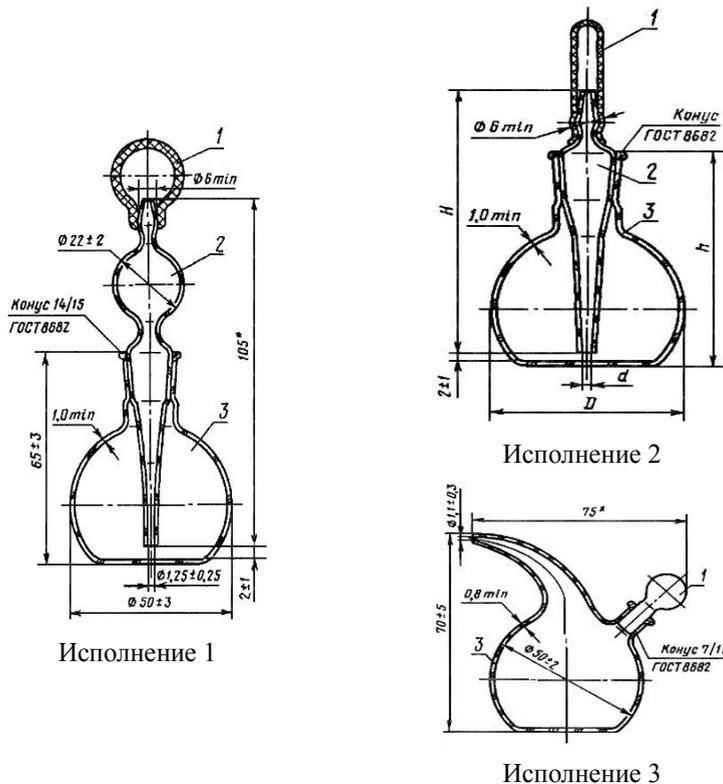


Рис. 31 Капельницы (1- колпачок, 2 – пипетка, 3 – колба)

Диаметр основания капельниц, обеспечивающий устойчивое положение их на горизонтальной поверхности, должен быть не менее 0,6 диаметра изделий. Капельницы исполнений 1 и 3 имеют номинальную вместимость 50 см^3 .

Баллоны и колпачки к капельницам исполнений 1 и 2 должны быть из резины, химически стойкой к воздействию

щелочей и кислот, или заменяющих резину материалов, не уступающих по свойствам качеству резины.

Пробки к капельницам исполнения 3 могут быть стеклянные или полиэтиленовые. Объем баллона и колпачка к капельнице должен обеспечивать наполнение пипеток дозированным раствором за один прием.

Спиртовки

Спиртовки - это горелки для жидкого топлива. Они применяются в химических лабораториях для подогрева и плавления твердых веществ, жидкостей, для нагрева открытым пламенем небольших лабораторных сосудов (пробирок, колб для химических работ и пр.) и проведения других термических процессов в лабораторных условиях.

Спиртовки выпускают двух типов - со стеклянным колпачком СЛ-1 и фенопластовым колпачком и подставкой СЛ-2 (рис. 32). Подставка спиртовки типа СЛ-2 изготавливается из стальной проволоки по ГОСТ 3282 и имеет антикоррозионное покрытие по ГОСТ 9.306. Колпачок и горловина резервуара спиртовки этого типа должны иметь резьбу по ГОСТ 6042. Номинальная вместимость спиртовок составляет 100 см³.

Емкость для спирта (резервуар - это основная несущая часть лабораторной спиртовки, а главная её часть - фитиль. Нижний конец фитиля опускают в резервуар. Резервуар имеет горловину, которая снабжена крышкой. Крышка необходима, чтобы отделить зону горения спирта от внутреннего объема резервуара, где находится жидкое топливо. Фитиль обычно устанавливают в направляющую трубку крышки - втулку, которая выполняется из латуни по ГОСТ 15527 или из стали по ГОСТ 16253.

Фитиль должен размещаться в трубке таким образом, чтобы иметь возможность легко перемещаться во втулке, с другой стороны - контакт ее с фитилем должен быть достаточно плотным, чтобы фитиль не выпал из втулки.

Рекомендуемая величина выступающей части фитиля должна составлять не более 15 мм.

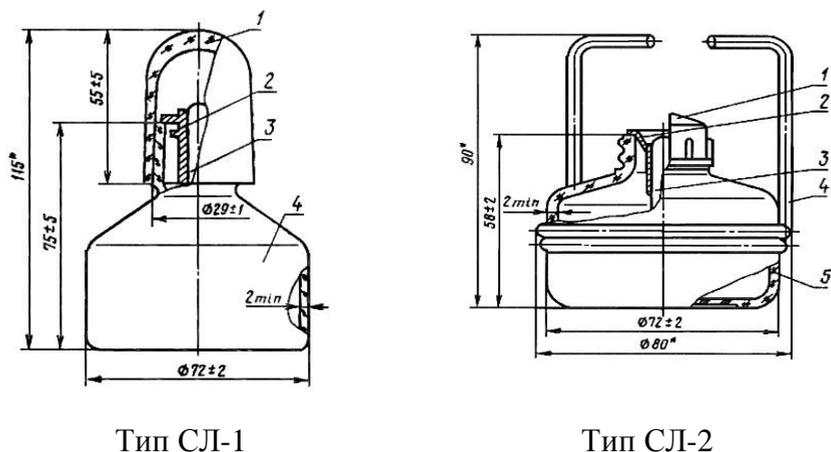


Рис. 32 Спиртовки
1- колпачок, 2 – втулка, 3 – фитиль, 4 – корпус,
5 – подставка

Топливо для спиртовки заливают через верхнее отверстие резервуара после снятия крышки - не более, чем на половину объема емкости спиртовки. Спирт из резервуара поднимается по фитилю за счет капиллярного давления и испаряется, когда достигнет верхнего конца выступающей части фитиля. Пары спирта поджигаются, и спиртовка горит с температурой пламени не выше 900°С.

Используются фитили из хлопчатобумажной ткани и асбестового шнура по ГОСТ 1779. Фитили из хлопчатобумажной ткани дают более стабильное и ровное пламя по сравнению с асбестовыми фитилями. Для большинства лабораторных работ, выполняемых с использованием спиртовок, достаточна толщина фитиля не менее 4,8 мм и не более 6,4 мм.

Все спиртовки в качестве топлива преимущественно используют этиловый спирт. В продаже имеются три вида этилового спирта: спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья, гидролизный спирт технический из

древесного сырья и спирт синтетический, полученный химическим способом. Спирт технический и спирт синтетический иногда окрашивают в сине-фиолетовый цвет с добавлением некоторых веществ с резким запахом. Такой спирт называется денатурат. Все эти виды спиртов можно использовать в качестве жидкого топлива для спиртовок. Другие виды топлива, например изопропиловый или метиловый спирт, для лабораторных спиртовок применять не рекомендуется, так как эти спирты имеют ПДК (предельно допустимая концентрация в воздухе) на два и более порядка ниже, чем у этилового спирта и поэтому опасны для здоровья.

При работе с лабораторными спиртовками необходимо использовать спиртовку только по назначению, указанному в её техническом паспорте и соблюдать **правила техники безопасности**:

- запрещается заправлять спиртовку вблизи устройств с открытым пламенем. Не заполнять спиртовку топливом более чем на 1/2 объёма резервуара. Заправлять спиртовку можно только этиловым спиртом.

- запрещается заправлять спиртовку вблизи устройств с открытым пламенем. Не заполнять спиртовку топливом более чем на 1/2 объёма резервуара. Заправлять спиртовку можно только этиловым спиртом.

- нельзя перемещать или переносить спиртовку с горящим фитилем. Категорически запрещается зажигать фитиль спиртовки посредством другой спиртовки. Гасить пламя спиртовки можно только посредством колпачка.

- не держать на рабочем столе, где используется спиртовка, легковоспламеняющиеся вещества и материалы, способные воспламениться от кратковременного воздействия источника зажигания с низкой тепловой энергией (пламя спички, спиртовки).

– помещение, в котором производится работа со спиртовками, должно быть оснащено первичными средствами пожаротушения, например, огнетушителем.

Склянки с тубусом

Склянки с тубусом используются в лабораториях для отбора и хранения растворов, дистиллированной воды и газов. Они бывают следующих исполнений (рис. 33):

- 1 - под резиновую пробку с краном;
- 2 - с взаимозаменяемыми конусами с краном;
- 3 - под резиновую трубку;
- 4 - с двумя тубусами, взаимозаменяемыми конусами и воронкой;
- 5 - с двумя тубусами под резиновую пробку и воронкой.

Склянки исполнения 4 и 5 (рис. 34) часто называют газометрами, поскольку они используются для сбора и хранения газов, не смешивающиеся с водой.

Номинальная вместимость склянок в обозначении и наименовании изделий является величиной условной и составляет для склянок исполнения 1 и 2 от 0,3 до 20,0 дм³, а исполнения 3 – от 0,16 до 10,0 дм³.

Кран склянки с тубусом исполнения 2 и 4 крепится к тубусу металлическими пружинами на разъемной скобе.

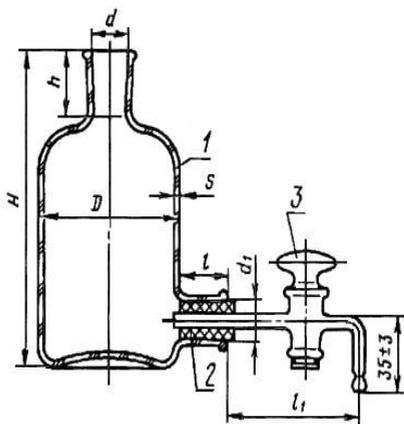
Склянки исполнений 4 и 5 должны иметь:

- наибольший внутренний диаметр горловины - (45 ± 2) мм;
- высоту горловины - (48 ± 5) мм;
- диаметр проходного отверстия пробки воронки - $(4 \pm 0,5)$ мм.

Размеры склянок исполнений 4 и 5, не указанные на рисунке 34, должны соответствовать размерам склянок исполнений 1 и 2 на рисунке 33.

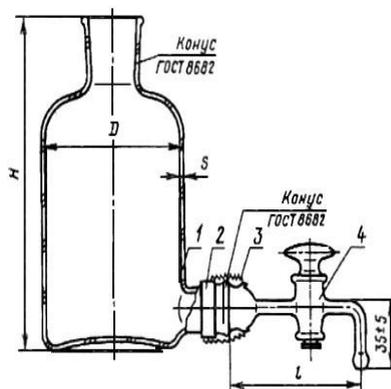
Перед заполнением склянки (газометра) газом весь объем сосуда 4 заполняется водой. Для этого следует снять воронку 1 и при закрытом кране нижнего тубуса 6 заполнить сосуд водой из-под крана до уровня верхнего тубуса. Затем, открыв кран 3, поставить колокол обратно на свое место.

Далее следует удалить остатки воздуха из трубки воронки.



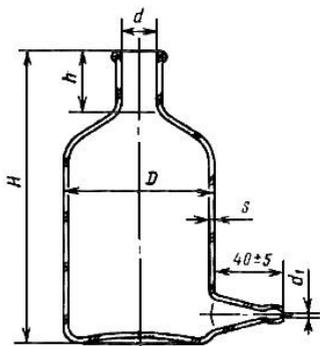
Исполнение 1

1-склянка 2-скоба крепежная
3- кран



Исполнение 2

1-склянка 2-скоба крепежная
3-пружина 4- кран



Исполнение 3

Рис. 33 Склянки с тубусом

Для этого в воронку 1 заливают воду, открывают краны 3 и 6 и дуют с помощью резиновой груши в кран 6 до прекращения выделения пузырьков газа из колокола.

После этого газометру придают наклонное положение так, чтобы верхний тубус занимал наивысшее положение. Остатки воздуха вытесняются через него водой, поступающей из колокола через кран 2.

Когда уровень воды достигнет крана 3, краны 2 и 3 закрывают и проверяют газометр на герметичность. Для этого кран 6 нижнего тубуса открывают (краны 3 и 4 закрыты!). Прибор герметичен, если из крана 6 вода не вытекает

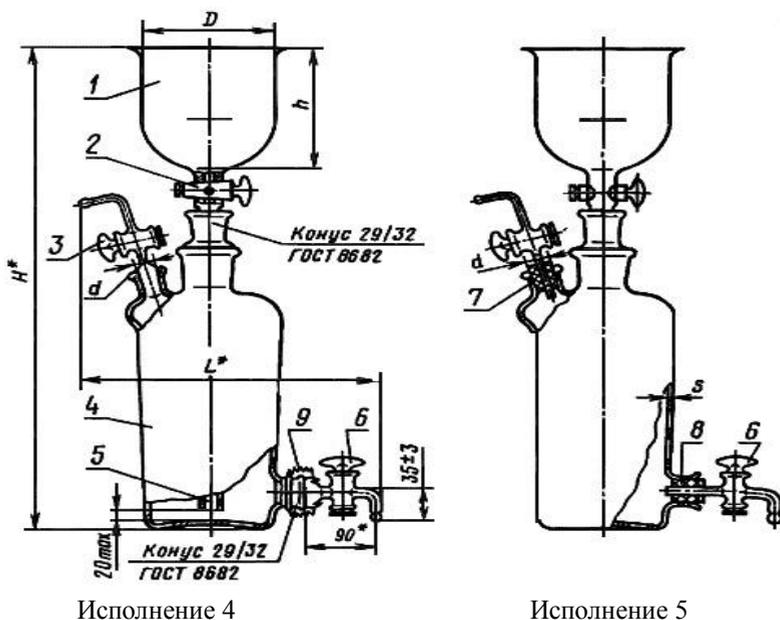


Рис. 34 Склянки с двумя тубусами и воронкой:

- 1 - воронка; 2 - пробка стеклянная;
- 3 - газоотводная трубка с краном; 4 - склянка; 5 - переходник;
- 6 - кран нижнего тубуса типа КИХ-1-40-4,0 по ГОСТ 7995;
- 7 - пробка резиновая верхнего тубуса;
- 8 - пробка резиновая нижнего тубуса; 9 – пружина

Наполнение газометра газом может проводиться поразному. В случае наполнения газометра водородом заправленный водой газометр ставят в раковину, вынимают пробку нижнего тубуса (краны 3 и 4 должны быть закрыты!) и вводят в него трубку, идущую от электролизера. Водород, предварительно проверенный на чистоту (беззвучное воспламенение), собирается над водой в сосуде, вытесняя воду из склянки. Газометр считается наполненным, когда уровень воды снизится до уровня нижнего тубуса. При использовании газа, собранного в газометре, надо плотно закрыть нижний тубус резиновой пробкой, открыть кран 2 и осторожно открывать кран 3, пока не начнется равномерное выделение газа. Воронка 1 должна быть все время заполнена водой.

Насос водоструйный

Водоструйный насос предназначен для создания предельного остаточного давления при выполнении лабораторных работ. Принцип действия водоструйного насоса состоит в том, что разрежение создается за счет протекающей через трубки струи водопроводной воды. В насосе диаметр трубки, по которой поступает вода из водопроводного крана, постепенно сужается, что приводит к уменьшению давления воды. Вырываясь из сопла трубки в ограниченное пространство с низким давлением, вода движется с большой скоростью и захватывает воздух из бокового отвода насоса.

Основные параметры насоса при давлении воды не менее 2942 гПа (3 кгс/см²) и температуре (8 ± 1) °С должны иметь следующие значения:

- предельное остаточное давление - не более 13,3 гПа (10 мм рт. ст.);
- время установления предельного остаточного давления в сосуде номинальной вместимостью 1000 см³ должно быть не более 6 мин.
- зазор между соплом и диффузором - не более 0,3 мм.

Величина разрежения зависит от температуры воды: чем меньше температура воды, тем большее разрежение можно создать с помощью водоструйного вакуум-насоса. Предельное остаточное давление при температуре воды, отличной от (8 ± 1) °С, должно соответствовать указанному ниже.

В предохранительную склянку через резиновую пробку вставляют почти до дна стеклянную трубку, на наружный конец которой надевают резиновую трубку, соединяющую предохранительную склянку с водоструйным насосом. В другую пробку также вставляют короткую стеклянную трубку, выступающую на 2—3 см из узкого конца пробки; эту трубку соединяют с колбой Бунзена.

Если вода начнет поступать в предохранительную склянку, сосуд, из которого удаляют воздух, нужно осторожно

отключить и, не закрывая водопроводного крана, дать насосу работать некоторое время вхолостую. При этом вода из предохранительной склянки полностью удалится.

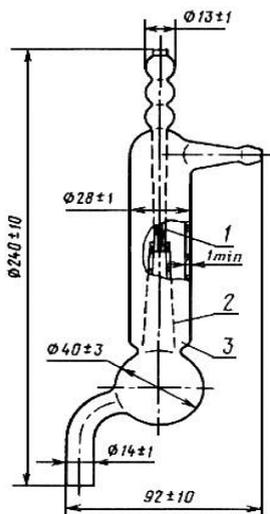


Рис. 35 Насос водоструйный

1 – сопло 2- диффузор
3 – корпус

Давление паров воды для насоса водоструйного

Температура, °С	Давление, гПа (мм рт.ст.)
0	6,09 (4,579)
5	8,70 (6,543)
6	9,32 (7,011)
10	12,25 (9,209)
11	13,09 (9,84)
12	13,99 (10,52)
13	14,94 (11,23)
14	15,95 (11,99)
15	17,01 (12,79)
16	18,13 (13,63)
17	19,32 (14,53)
18	20,59 (15,48)
19	21,92 (16,48)
20	23,33 (17,54)
21	24,80 (18,65)
22	26,37 (19,83)
23	28,02 (21,07)
24	29,77 (22,38)
25	31,60 (23,76)

Вместо короткой стеклянной трубки для склянки Вульфа лучше применить трехходовой кран. В этом случае при заполнении предохранительной склянки водой не нужно разнимать всей системы, достаточно повернуть кран так, чтобы предохранительная склянка была соединена с атмосферой, а сосуд, из которого удаляют воздух, был изолирован от нее.

В качестве предохранительной склянки можно применять трехгорлую склянку. В этом случае берут два стеклянных крана, один из которых вставляют в среднее горло, а другой помещают между склянкой и прибором. Вначале закрывают кран трубки, соединяющей предохранительную склянку с прибором, а затем открывают кран средней трубки, давая доступ воздуха в склянку.

Вместо этих приспособлений можно использовать тройник. Один конец тройника соединяют с колбой Бунзена, противоположный - с водоструйным насосом, а на третий отросток тройника надевают резиновую трубку со стеклянным краном или винтовым зажимом. При открытом кране или зажиме прекращается отсасывание, поскольку в систему поступает воздух.

Эксикаторы

Эксикаторы - это сосуды диаметром от 15 до 30 см (емкостями от 100 до 300 мл), в которых поддерживается определенный уровень влажности воздуха – около 0 %. Они состоят из емкости, изготовленной из толстого высококачественного боросиликатного или лабораторного стекла, внутри которого находится осушитель. Предназначены для медленного высушивания и сохранения веществ, легко поглощающих влагу из атмосферного воздуха при комнатной температуре. Эксикаторы закрываются крышками, края которых притерты к верхней части корпуса. Притертые части должны быть смазаны тонким слоем вазелина.

Эксикатор имеет особую форму для размещения решетчатой фарфоровой вставки - фарфорового поддона, на которой устанавливаются тигли, бюксы, выпарительные чашки и т.д. На дно сосуда помещается гигроскопичное вещество для осушения или раствор, поддерживающий определенное парциальное давление водяных паров.

Эксикаторы выпускаются следующих исполнений:

1 - с краном (вакуумные) - должны выдерживать в течение 1 суток предельное остаточное давление не более 60 гПа (45 мм рт. ст.); 2 - без крана (обыкновенные) (рис. 36).

Кислоту меняют, когда она потемнеет. Применять серную кислоту нельзя, если она может взаимодействовать с осушаемым веществом.

- *Силикагель или оксид алюминия.* Для удобства наблюдения за состоянием адсорбентов их смешивают с небольшим количеством хлорида кобальта. Безводные силикагель и оксид алюминия окрашиваются в синий цвет. При поглощении влаги они приобретают розовую окраску. Насыщенные водой осушители регенерируют нагреванием: силикагель - при температуре не выше 200 °С, оксид алюминия — не выше 175 °С.

- *Оксид фосфора (V) P₂O₅.* Это наиболее действенное высушивающее средство, способен не только отнимать молекулы воды, входящие в молекулярный состав вещества, но и удалять адсорбированную воду. Оксид фосфора (V) меняют, когда он расплывется.

Характеристики некоторых осушителей, применяемых для снаряжения эксикаторов, приведены в таблице 4.

Таблица 4 Осушающие вещества в их характеристики

Осушающие вещества	Температура, °С	Количество воды, в 1 дм ³ воздуха остающееся, мг
Хлорид кальция CaCl ₂	25	0,36
Серная кислота H ₂ SO ₄ , 95 - 96%-ная	25	0,03
	30	0,03
Оксид алюминия Al ₂ O ₃	30,5	0,005

Осушитель рекомендуется помещать в эксикатор в фарфоровых чашках, а не насыпать на дно эксикатора. Его следует менять не реже одного раза в месяц.

Склянки для промывания газов

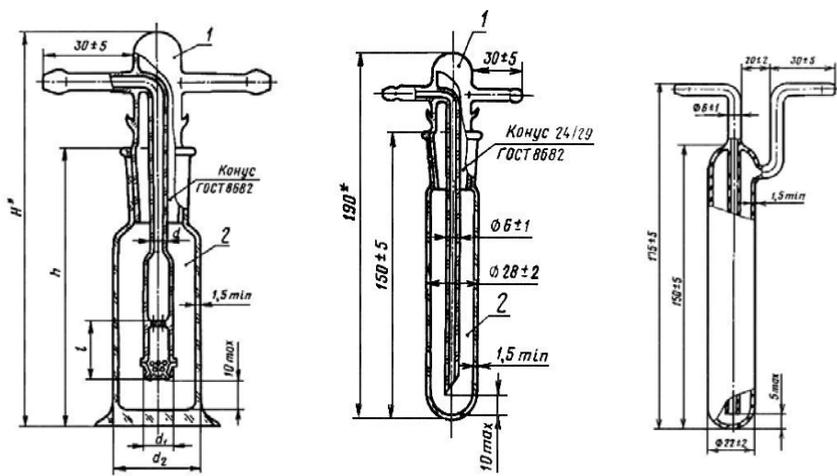
Склянки предназначены для промывания и очистки газов. Они часто носят имена ученых и выпускаются следующих типов (рис.37):

- СН - с насадкой (склянка Дрекслея);
- СВП - с впаянной трубкой (поглотитель Зайцева);
- СПЖ - с внутренней перегородкой для жидких поглотителей (склянка Тищенко);
- СПТ - с внутренней перегородкой для твердых поглотителей (склянка Тищенко);
- С2Г - с двумя горловинами (склянка Вульфа);
- С3Г - с тремя горловинами (склянка Вульфа) .

Склянка Дрекслея – тип СН (исполнение 1,2) используется для промывания (барботирование, «барботажа») газов посредством пропускания их через жидкость, которая способна задерживать нежелательные примеси. Например, если в склянку налить концентрированной серной кислоты, то при обработке газ будет не только осушаться, но из него будет поглощаться аммиак.

Устройство также применяется для лабораторного определения состава изучаемых газов. Промывная склянка Дрекслея напоминает похожее устройство, известное как *склянка Вульфа*, которое также предназначено для промывания газов, однако, отличается от него формой и конструкцией.

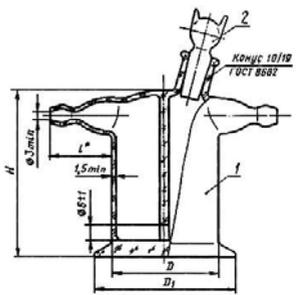
Свое название склянка Дрекслея получила по фамилии немецкого химика и физиолога Эдмунда Дрекслея (Drechsel), который жил и работал во второй половине девятнадцатого столетия и впервые стал применять специальный сосуд для очистки газов от примесей путем пропускания их через жидкость.



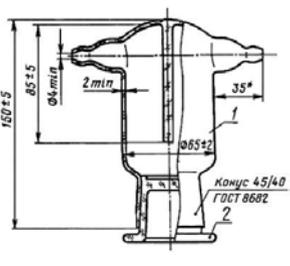
Тип СН (1)

Тип СН(2)

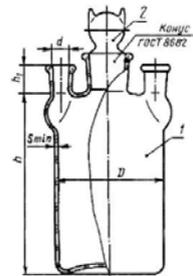
Тип СВП



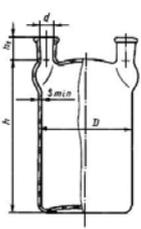
Тип СПТ



Тип СПЖ



Тип С2Г



Тип С3Г

Рис. 37 Склянки промывные

В склянках Дрекеля используется жидкий поглотитель, тогда как при использовании склянок Тищенко и Вульфа их можно заполнять и жидким, и твердым поглотителем.

В ряде случаев склянку Дрекеля используют для других лабораторных процессов, например, используют в качестве предохранительной емкости при работе с водоструйным насосом.

Поглотитель Зайцева (тип СВП) применяется для поглощения и очистки различных веществ в лабораторных установках. Габаритные размеры поглотителя – 29x800x180 мм. Он изготавливается из стекла марки ТС.

Склянки Вульфа (тип С2Г и С3Г - с двумя или тремя горлами) служат для тех же целей, что и склянки Дрекслея. Эти склянки можно также применять в качестве реакционных сосудов при получении газообразных продуктов и в качестве предохранительного сосуда при водоструйных насосах. Склянки Вульфа большой емкости можно использовать для хранения титрованных растворов. Иногда они имеют в нижней части тубус.

Склянки Тищенко (рис. 37, тип СПТ и СПЖ) отличаются от склянок Вульфа тем, что внутри имеют перегородку, делящую склянку на две сообщающиеся между собой части. Есть два типа склянок Тищенко: для жидкостей и для твердых поглотителей. У склянок для жидкостей внутренняя перегородка доходит до дна и обе половины сообщаются при помощи отверстия, расположенного у самого дна в середине перегородки. В склянках для твердых тел перегородка немного не доходит до пробки, которая в свою очередь служит дном.

Поглотитель	H, мм	l, мм	l ₁ , мм	D, мм	d, мм
Зайцева	180	80	-	-	17
Киселева	137	20	30	-	12
Рихтера (малый)	170	13	13	29	11,5
Рихтера (скоростной)	182	31	34	41	21,5

Иногда склянки Тищенко применяют в качестве предохранительных склянок при вакуум-насосах, но для этой цели они менее удобны, чем склянки Вульфа.

Аппарат для получения газов (аппарат Киппа)

Аппарат предназначен для получения газов в лабораторных условиях (рис. 38).

Номинальная вместимость по шару реактора (от 0,5 до 2,0 дм³) в наименовании и обозначении аппарата является условной.

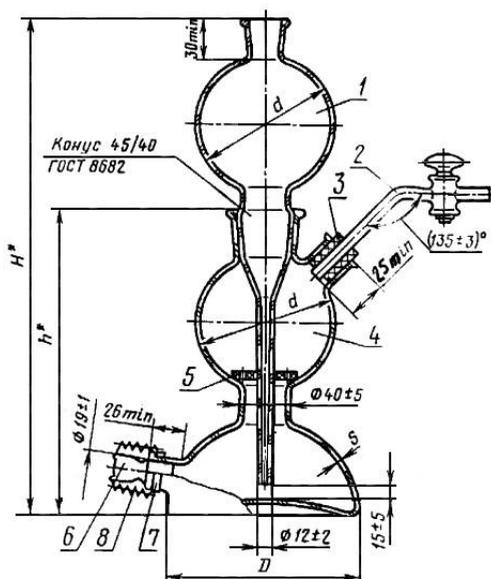


Рис.38 Аппарат для получения газов (аппарат Киппа)
1-воронка; 2-трубка отводная с краном; 3-пробка резиновая;
4-реактор; 5-вкладыш; 6-пробка стеклянная; 7-скоба
крепления; 8-пружина

Нижняя часть аппарата состоит из широкого резервуара в виде полусферы с тубусом, над ним находится шарообразное расширение имеющее тубус для отвода газа; верхняя часть аппарата представляет собой грушевидную воронку. Воронку вставляют в нижнюю часть аппарата через горло шарообразного расширения. В этом месте верхняя часть аппарата Киппа притерта к нижней.

Для того чтобы зарядить аппарат Киппа, поступают следующим образом. Сначала вынимают резиновую пробку 3 из тубуса реактора и через него в среднюю расширенную часть аппарата вводят вещество, служащее для получения

газа (мрамор - для получения диоксида углерода, сульфид железа - для получения сероводорода, цинк - для получения водорода и т. д.). Куски насыпаемого твердого вещества должны быть не менее 1 см^3 , но и не очень большими.

Пользоваться порошкообразными веществами не рекомендуется, поскольку в этом случае слишком бурно выделяется газ и возможен прорыв его через верхнюю часть. В тубус вставляют резиновую пробку 3, снабженную трубкой со стеклянным краном. Затем в аппарат через воронку, открыв газоотводный кран тубуса, наливают раствор (например, разбавленный раствор соляной кислоты). Раствор наливают в таком количестве, чтобы уровень его при открытом газоотводном кране достигал половины верхней шарообразной части аппарата. Пропускают газ в течение 5 – 10 минут, чтобы вытеснить воздух из аппарата, после чего закрывают газоотводный кран, а в горло вставляют предохранительную воронку. Газоотводную трубку верхнего тубуса соединяют с тем прибором, куда нужно пропускать газ.

Пока кран закрыт, выделяющийся газ вытесняет кислоту из шарообразного расширения аппарата и последний перестает работать. Если же открыть газоотводный кран, кислота вновь попадает в резервуар с мрамором или с другим веществом и аппарат начинает работать.

Аппарат периодически очищают, заряжают его свежим веществом и кислотой. Для разборки аппаратов сначала открывают тубус нижней широкой части аппарата и сливают через него кислоту; затем споласкивают сосуд водой и, если нужно, разбирают весь аппарат. Когда ограничиваются только сменой кислоты, то после ополаскивания сосуда водой тубус снова плотно закрывают, привязывают пробку и через горло наливают свежий раствор кислоты.

Выделяющийся из аппарата Киппа газ может захватывать мелкие капли кислоты и частицы твердого

вещества (например, FeS - при получении H₂S, мрамор - при получении CO₂ и т.д.), поэтому газ для промывания следует пропускать через предохранительную склянку, в которую наливают воду. Эта буферная склянка может быть соединена с другой склянкой для высушивания газа.

Холодильники

Холодильники предназначены для обмена тепла двух потоков и конденсации паров кипящей жидкости в перегонных установках (рис. 39, 40).

Холодильники выпускаются следующих типов:

ХПТ - с прямой трубкой;

ХШ - шариковые;

ХСН - спиральные с наружным охлаждением;

ХСВ - спиральные с внутренним охлаждением;

ХСВО - спиральные с внутренним охлаждением обратимые;

ХСД - спиральные с внутренним и наружным охлаждением двухстенные;

ХП - пальчиковые.

Холодильники, изготовленные без взаимозаменяемых конусов, должны иметь следующие размеры сливной трубки: длина - не менее 70 мм; диаметр - не менее 13 мм. Длина верхней части холодильника - не более 65 мм.

Нижняя часть холодильников, предназначенная для стекания жидкости, должна быть обрезана под углом не более 60° к центральной оси, зашлифована или оплавлена. Размеры отводных трубок должны быть длиной не менее 20 мм и диаметром не менее 8 мм.

Прямые холодильники (с прямой трубкой) или холодильники Либиха применяют при перегонке веществ, пары которых охлаждаются в холодильной трубке, превращаются снова в жидкость, которая стекает в приемник. Температура паров не должна превышать 150 °С. Вода в холодильник подается всегда через нижний отвод, который соединяют с водопроводным краном через резиновую трубку.

Через верхний отвод вода выводится из холодильника. Таким образом, вода в холодильнике движется навстречу охлаждаемым парам жидкости.

При работе необходимо соблюдать правило: холодильная рубашка всегда должна быть заполнена водой, чтобы не допустить ее нагрева. Резиновые трубки на отводах обвязывают тонкой проволокой.

Шариковый холодильник или холодильник Аллина (рис. 39) обычно применяют как обратный.

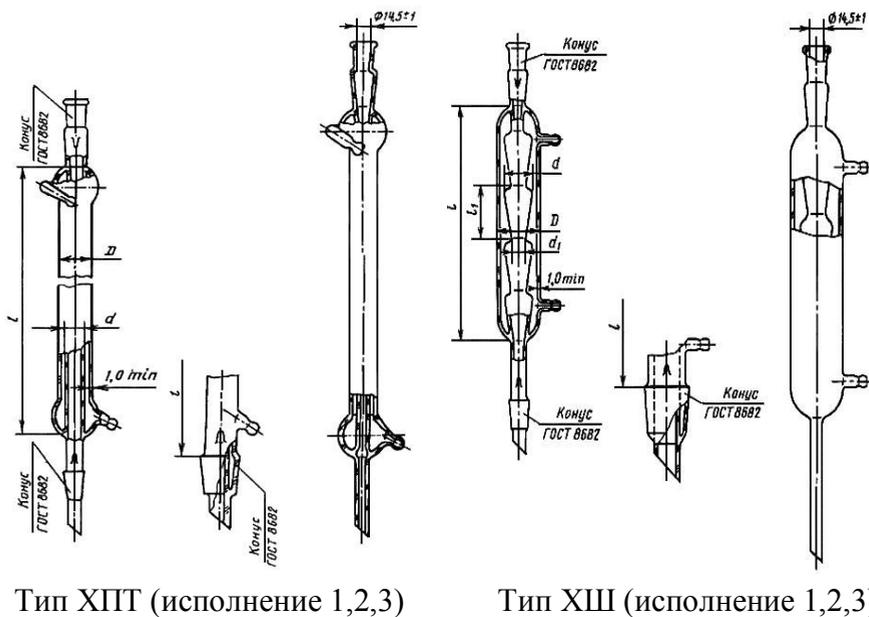
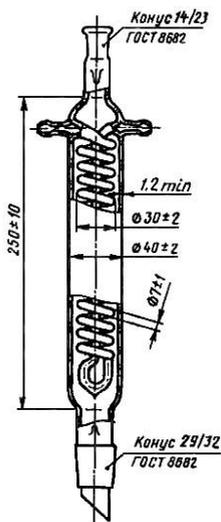
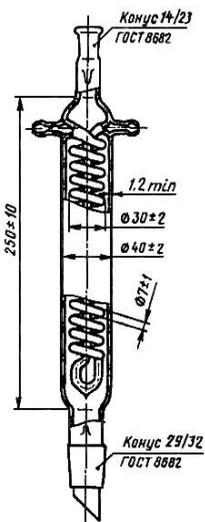


Рис.39 Холодильники прямые и шариковые

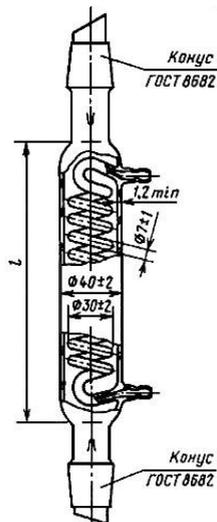
Охлаждающая вода поступает в холодильник через нижний отвод во внутреннюю шарообразную полость и вытекает из верхнего отростка. Имеется ряд специальных холодильников, например, такие, у которых холодильная трубка имеет вид спирали. Это делается для того, чтобы, не увеличивая размеров холодильника, увеличить поверхность охлаждения (рис. 40).



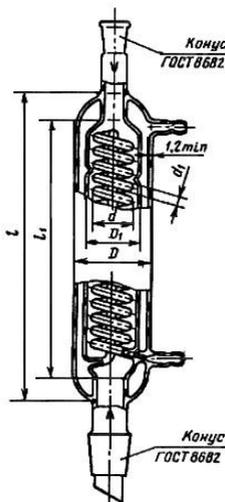
Тип XCH



Тип XCB



Тип XCV

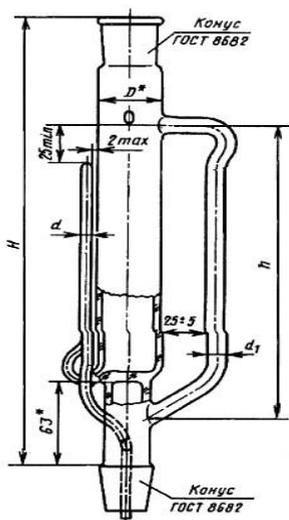


Тип XCD

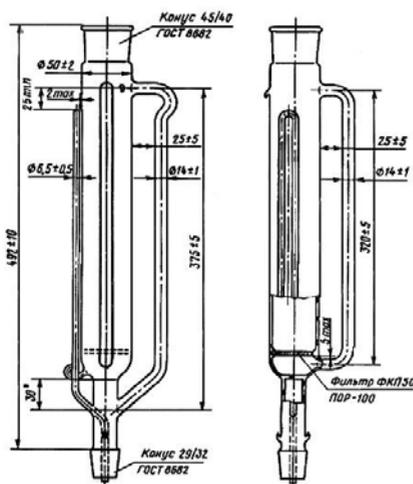
Рис.40 Холодильники спиральные

Насадки для экстрагирования

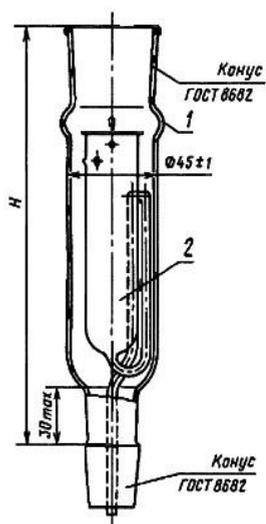
Насадки предназначены для экстрагирования твердых веществ и веществ из растворов (рис.39).



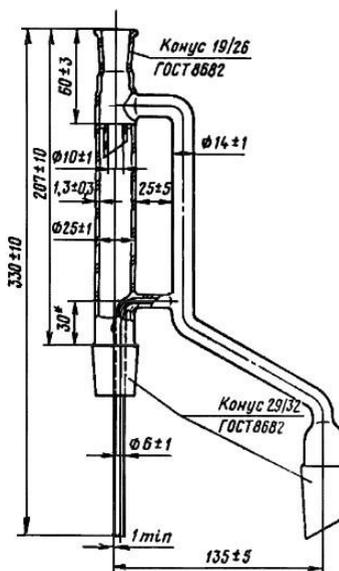
Тип НЭТ



Тип НЭТФ



Тип НЭТВ



Тип NЭР

Рис.39 Насадки для экстрагирования

Насадки изготавливаются следующих типов:

НЭТ - для экстрагирования твердых веществ;

НЭТФ - для экстрагирования твердых веществ с впаянным фильтром номинальной вместимостью 500 см³;

НЭТВ - для экстрагирования твердых веществ с вставным стеклянным вкладышем; должны иметь два вкладыша одинаковой номинальной вместимостью;

НЭР - для экстрагирования веществ из растворов;

НЭРВ - для экстрагирования веществ из растворов со стеклянными воронками; должны иметь шесть воронок.

Толщина стенки насадок типов НЭТ, НЭТФ и НЭТВ, изготовленных из химически стойкого стекла, - не менее 1,4 мм, из термически стойкого стекла - не менее 1,5 мм.

Процесс разделения смеси твердых или жидких веществ проводится с помощью избирательных растворителей (экстрагентов). Извлекаемое вещество из жидкой или твердой фазы переходит в фазу жидкого экстрагента при их взаимном соприкосновении.

1.3 Мерная посуда из стекла и проверка ее вместимости

Для измерения объемов жидкостей и растворов веществ в химико-аналитических лабораториях применяют мерную посуду. В количественном химическом анализе для измерения объемов используется мерная посуда двух видов:

- для точных измерений – пипетки, бюретки, мерные колбы;
- для измерений объемов с невысокой точностью – мерные цилиндры и стаканы, мензурки, градуированные пробирки и колбы.

Первый вид мерной посуды используется для приготовления стандартных (титрованных) растворов, для точного измерения объемов в ходе проведения количественного анализа и т.п. Второй вид – для приготовления вспомогательных растворов, например, буферных растворов, растворов индикаторов.

Технические условия на мерную посуду приведены в нормативных документах, таких как ГОСТы 12738; 1770; 29044; 29169; 29227- 29230; 29251-29253.

1.3.1 Пипетки. Бюретки. Мерные колбы

Пипетки («pipette», фр. - трубочка) - это стеклянные трубки с оттянутым концом, предназначенные для точного измерения объема раствора и отградуированные на выливание (!). При этом часть раствора, которая остается в носике пипетки после ее опорожнения, учтена при градуировке и никогда не выдувается. Вместимость (номинал) пипеток указывается, как правило, в верхней их части и колеблется от 0,5 до 100 см³, для микропипеток – до 0,2 см³.

Пипетки выпускаются двух типов – с одной меткой (пипетки Мора) и градуированные.

Пипетки с одной меткой изготавливаются следующей номинальной вместимостью: 0,5; 1; 2; 5; 10; 20; 25; 50; 100 и 200 см³. Пипетки номинальной вместимостью 0,5 см³ изготавливают без резервуара и состоят из прямой трубки со сливным отверстием на нижнем конце; вместимостью 1,0 см³ и 2,0 см³ – с резервуаром и без него. Все остальные пипетки выпускаются из стекла соответствующей химической и термической стойкости, без видимых дефектов и внутреннего напряжения, состоят из резервуара с всасывающей и сливной трубками. Эти части должны быть прямыми и соосными. Резервуар имеет приблизительно сферическую форму. Сливной кончик пипеток должен быть прочным, гладким, конусным без резких сужений у сливного отверстия, отрезан и оплавлен.

Допускается изготовление пипеток с одной меткой следующих исполнений (рис. 40). Время слива раствора из пипеток определяется как время, необходимое для опускания водяного мениска от градуировочной метки до сливного отверстия.

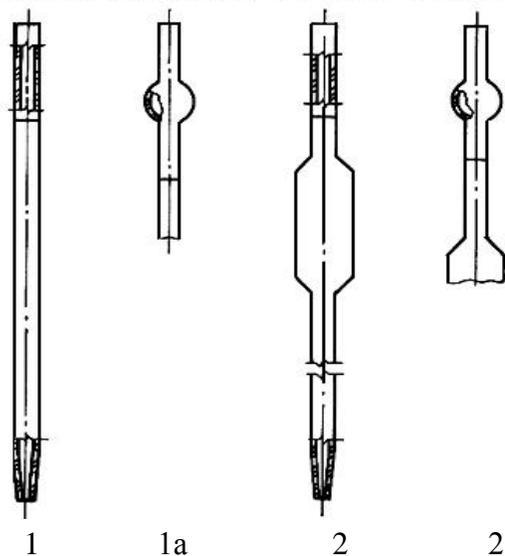


Рис. 40. Пипетки с одной отметкой
 1 - прямые;
 1а - прямые с запасным резервуаром;
 2 - с расширением;
 2а - с расширением и запасным резервуаром

Оно определяется для пипетки, находящейся в вертикальном положении, а приемный сосуд должен быть слегка наклонен так, чтобы кончик сливной трубки находился в контакте с внутренней стенкой сосуда, но без движения относительно друг друга. Время слива должно находиться в пределах, указанных в таблице 5.

Таблица 5 Время слива жидкости из пипеток с одной меткой

Класс точности	Время слива, с, для пипеток номинальной вместимостью, см ³									
	0,5	1	2	5	10	20	25	50	100	200
2-й класс:										
не менее	4	5	5	7	8	9	10	13	25	40
не более	20	20	25	30	40	50	50	60	60	70

В ходе изготовления на все пипетки наносят следующие обозначения:

- число, указывающее номинальную вместимость и сокращение см³ или мл для обозначения единиц объема, в которых пипетка отградуирована;
- 20 °С (стандартная рекомендуемая температура);

- буква "O", указывающая на то, что пипетка предназначена для слива;
- обозначение 1 или 2 для указания класса точности градуированных пипеток;
- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя;
- время ожидания, если оно установлено, в виде "0+15 с".

Пределы допускаемой погрешности номинальной вместимости пипеток не должны превышать значений, указанных в таблице 6.

Таблица 6 Пределы допускаемой погрешности номинальной вместимости пипеток с одной меткой, см³

Номинальная вместимость	Предел допускаемой погрешности	
	1-й класс	2-й класс
0,5	±0,005	±0,01
1	±0,008	±0,015
2	±0,01	±0,02
5	±0,015	±0,03
10	±0,02	±0,04
20	±0,03	±0,06
25	±0,03	±0,06
50	±0,05	±0,1
100	±0,08	±0,15
200	±0,1	±0,2

Лабораторные градуированные пипетки общего назначения представляют собой цилиндрическую стеклянную трубку с нанесенной на нее шкалой. Изготавливают пипетки из химико-лабораторного стекла. Они подразделяются по типам:

Тип 1 - градуированная пипетка, которая измеряет на слив жидкость от верхней нулевой отметки до любой отметки. Нижняя отметка соответствует номинальной

вместимости. Такие пипетки могут быть 1-го и 2-го классов точности. Время ожидания не устанавливается (ГОСТ 29228).

Тип 2 - градуированная пипетка, которая измеряет на слив жидкость от любой отметки до сливного кончика. Верхняя отметка отвечает номинальной вместимости. Такие пипетки могут быть 1-го и 2-го классов. Время ожидания не устанавливается (ГОСТ 29228).

Тип 3 - градуированная пипетка, которая измеряет на слив жидкость от верхней нулевой отметки до любой отметки. Нижняя часть сливного кончика отвечает номинальному объему. Пипетки 2-го класса. Время ожидания не устанавливается (ГОСТ 29228).

Тип 4 - градуированная пипетка, вымеряемая на слив жидкости от верхней нулевой отметки до любой отметки. Нижняя часть сливного кончика соответствует номинальному объему. Пипетки 1-го класса. Время ожидания - 15 секунд (ГОСТ 29229).

Тип 5 - выдувные градуированные пипетки, вымеряемые на слив жидкости от любой отметки до сливного кончика. Верхняя отметка соответствует номинальной вместимости. Пипетки 2-го класса. Последняя капля из пипетки выдувается (ГОСТ 29230).

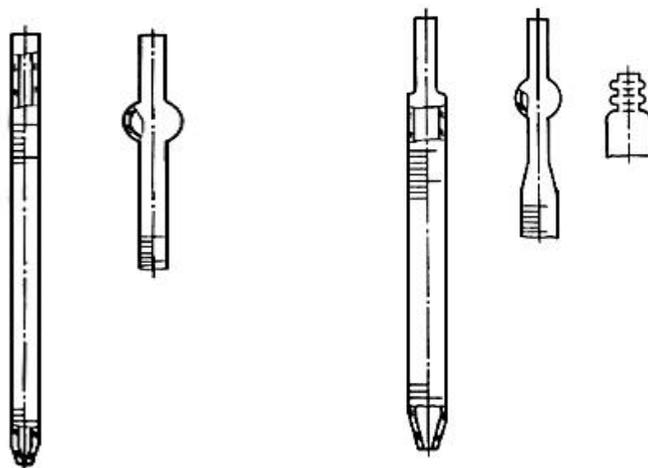
Пипетки с делениями выпускают в 4-х исполнениях (рис. 41):

1- прямые;

1а - прямые с запасным резервуаром;

2 - с расширением;

2а - с запасным резервуаром.



Исполнение 1 Исполнение 1а Исполнение 2 Исполнение 2а

Рис.41 Градуированные пипетки

Таблица 7 Основные технические характеристики градуированных пипеток

Номинальная вместимость, мл	Цена наименьшего деления шкалы, мл	Пределы допускаемой погрешности объема, мл		Длительность слива, с									
				Тип 1				Тип 2				Тип 3	
				1 класс		2 класс		1 класс		2 класс		2 класс	
				не менее	не более	не менее	не более	не менее	не более	не менее	не более	не менее	не более
1	0,01	$\pm 0,006$	$\pm 0,01$	7	10	2	10	5	7	2	10	2	10
2	0,02	$\pm 0,01$	$\pm 0,02$	8	12	2	12	6	9	2	12	2	12
5	0,05	$\pm 0,03$	$\pm 0,05$	10	14	5	14	8	11	5	14	5	14
10	0,1	$\pm 0,05$	$\pm 0,1$	13	17	5	17	10	13	5	17	5	17
25	0,1	$\pm 0,01$	$\pm 0,2$	15	21	9	21	11	16	9	21	9	21

Правила работы с пипетками

1 Перед началом работы пипетку *тщательно моют* для удаления загрязнений, затем несколько раз ополаскивают водопроводной водой, далее – дистиллированной.

2 Для удаления воды пипетку заполняют анализируемым раствором на $1/3$ объема с помощью резиновой груши или специальной насадки, *ополаскивают* пипетку этим раствором, который затем сливают в емкость для отработанных растворов. Для отбора растворов агрессивных или ядовитых веществ необходимо пользоваться пипетками с расширением.

3 *Заполняют* пипетку анализируемым раствором на (2 – 3) см выше метки (риски). Верхний конец пипетки быстро закрывают слегка влажным указательным пальцем правой руки, пипетку при этом держат большим и указательным пальцами. Слегка приоткрывая верхнее отверстие пипетки, сливают избыток раствора до совпадения его мениска с риской, которая при этом должна находиться на уровне глаз аналитика. Снова плотно закрывают верхнее отверстие пипетки пальцем и протирают полоской фильтровальной бумаги нижнюю часть пипетки.

При отборе раствора пипетка должна находиться в строго вертикальном положении; при установке мениска на уровне деления глаз аналитика должен располагаться на одном с ними уровне.

4 *Содержимое* пипетки *переносят* в рабочую емкость, например, в колбу для титрования: отнимают палец от верхнего отверстия пипетки и дают раствору свободно стечь, соприкасая носик пипетки с внутренней стенкой колбы. Выжидают еще (15-20) с (см. табл.1, 3) и проводят концом пипетки по стенке сосуда. Оставшееся небольшое количество раствора в кончике не входит в номинал пипетки, поэтому его не выдувают.

5 После использования пипетки моют и *хранят* в специальных штативах или высоких цилиндрах, на дно которых кладут фильтровальную бумагу. Верхнее отверстие пипеток накрывают стеклянными или бумажными колпачками для предохранения от попадания пыли.

Бюретки («burette», фр. – склянка, графинчик) - это длинные градуированные стеклянные трубки суженный конец которых, снабжен стеклянным одно- или двухходовым краном. Бюретки могут быть также без крана и соединены с капилляром резиновой трубкой. В качестве затвора резиновой трубки служат металлические зажимы Мора или стеклянные шарики, расположенные внутри трубки. При оттягивании трубки от стеклянного шарика между ними образуются узкие проходы, через которые и вытекает жидкость из бюретки.

Бюретками со стеклянными кранами пользуются в тех случаях, когда есть вероятность разрушения резины раствором титранта, например, раствором щелочи, йода, сильных окислителей.

На внешней стороне бюретки наносится градуированная шкала.

Выпускаются два типа бюреток:

тип I - без установленного времени ожидания, 1-го и 2-го классов (ГОСТ 29252);

тип II - с установленным временем ожидания, только 1-го класса (ГОСТ 29253).

Погрешности измерения сливаемой жидкости не должны превышать значений, указанных в таблице 8. Они означают максимально допускаемую разность погрешностей между двумя любыми точками шкалы.

Таблица 8 Пределы погрешности измерения, см³

Номинальная вместимость	Цена наименьшего деления	Предел погрешности для	
		1-го класса	2-го класса
1	0,01	$\pm 0,01$	$\pm 0,02$
2	0,01	$\pm 0,01$	$\pm 0,02$
5	0,02	$\pm 0,01$	$\pm 0,02$
10	0,02 0,05	$\pm 0,02$	$\pm 0,05$
25	0,10	$\pm 0,05$	$\pm 0,10$
50	0,10	$\pm 0,05$	$\pm 0,10$
100	0,20	$\pm 0,10$	$\pm 0,20$

Оцифровку отметок на бюретках наносят вниз от нулевой отметки, расположенной в верхней части бюретки, интервалы между отметками указаны в таблице 9.

Цифры располагаются непосредственно над длинными отметками и чуть вправо от соседних, более коротких отметок.

Таблица 9 Оцифровка отметок на бюретках, см³

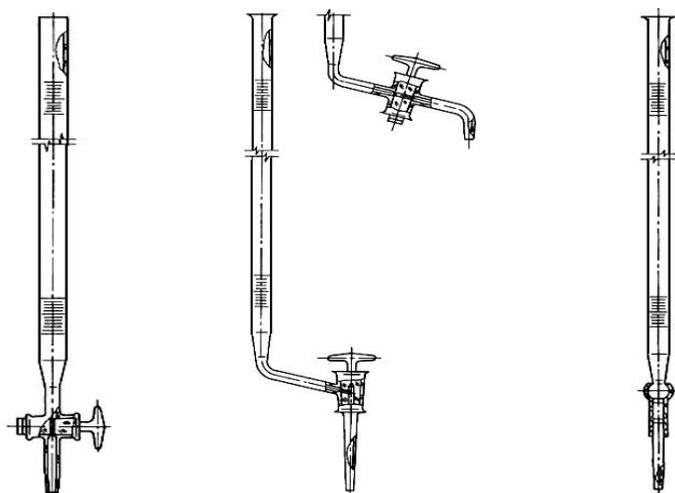
Цена наименьшего деления	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2
Интервалы между оцифрованными отметками	0,1	0,2	0,5	1	2

На бюретки наносят следующие обозначения:

- а) «см³» или «мл», означающие единицу вместимости, применяемую при градуировке бюретки;
- б) «20 °С», означающее стандартную температуру.
- в) буква «О» означает, что бюретка вымерена на слив обозначенной вместимости;
- г) «1» или «2», означающие класс точности, по которому вымерялись бюретки;
- д) знак или марка изготовителя и (или) поставщика;
- е) время ожидания, если оно установлено, форма записи «0+30 с».

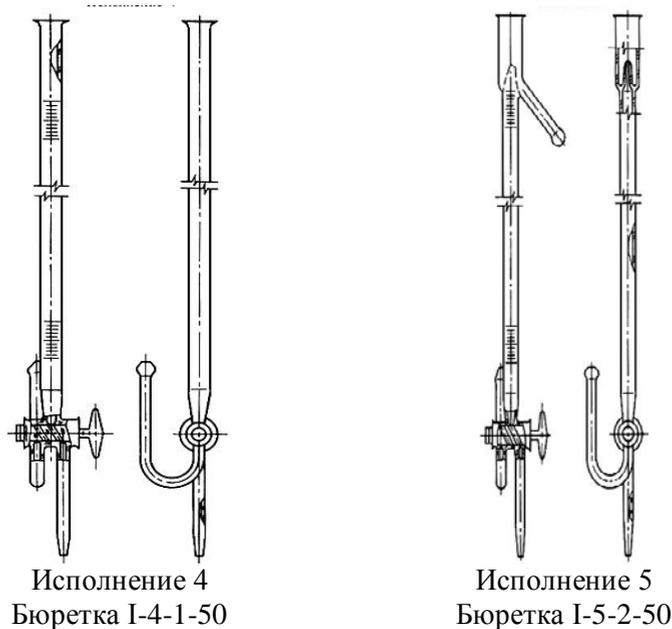
Для титрования и отмеривания небольших объемов растворов применяются микробюретки. Они выпускаются в

виде градуированной капиллярной трубки и спаянной с ней стеклянной трубкой с мини-резервуаром (на объем 1-5 мл).



Исполнение 1 Исполнение 2 Исполнение 3
 Бюретка I-1-2-25-0,1 Бюретка I-2-2-25-0,1 Бюретка I-3-2-25-0,1

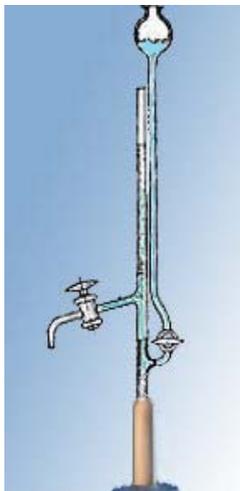
Рис. 42 Бюретки с одноходовым краном (исполнение 1,2);
 с резиновой трубкой (исполнение 3)



Исполнение 4 Исполнение 5
 Бюретка I-4-1-50 Бюретка I-5-2-50

Рис. 43 Бюретки с трехходовым краном (исполнение 4);
 с автоматическим нулем (исполнение 5)

Заполнение градуированной трубки жидкостью из резервуара проводится с помощью промежуточного стеклянного крана. Для микробюреток на 10 мл резервуар расположен снизу. В микробюретки этого исполнения жидкость закачивается с помощью резиновой груши.



Цена деления шкалы микробюретки не превышает 0,02 мл. Сбоку находится одноходовой стеклянный кран для титрования. Измерение объема жидкости проводят по делению шкалы, соответствующему нижнему мениску.

Для работы микробюретка должна устанавливаться в специальной подставке. Калибруются микробюретки на выливание без времени ожидания, выпускаются 2-го класса точности.

Правила работы с бюретками

1 Перед началом работы пипетку *тщательно моют* раствором подходящей моющей смеси, например, смесью концентрированной серной кислоты с 30%-ным раствором пероксида водорода (5:1). Вымытую посуду тщательно ополаскивают водопроводной, а затем – дистиллированной водой. Посуда считается хорошо вымытой, если капли воды при стекании по внутренней стенке не задерживаются на ней.

2 Далее бюретку *ополаскивают 2-3 раза раствором титранта*.

3 Бюретку *закрепляют* с помощью лапки в металлическом штативе строго вертикально. *Заполняют* ее раствором титранта через верхнее отверстие с помощью воронки так, чтобы уровень раствора был на 2-3 см выше нулевого деления бюретки. После этого воронку убирают.

4 Из носика бюретки *удаляют пузырьки воздуха*. Для этого носик стеклянного крана бюретки погружают в раствор титранта и, приоткрыв кран, всасывают немного раствора

через верхнее отверстие бюретки с помощью резиновой груши. Из бюретки с металлическим зажимом или со стеклянной бусиной в резиновой трубке воздух удаляют, отгибая нижний конец трубки со стеклянным носиком вверх примерно на 45° . Одновременно с этим выпускают часть раствора из бюретки до полного удаления пузырьков воздуха из носика.

5 *Уровень раствора* в бюретке устанавливают на нулевое деление.

Для уменьшения возможных погрешностей мениск устанавливают одним и тем же способом на нулевой и на последней отметках одним из нижеприведенных способов (ГОСТ 29251):

а) плоскость верхнего края отметки должна находиться горизонтально по касательной к нижней точке мениска; взгляд аналитика - в этой же плоскости;

б) плоскость середины отметки должна находиться горизонтально по касательной к нижней точке мениска; взгляд наблюдателя направлен вверх в этой плоскости, при этом одновременно видны передняя и задняя части отметки, одновременно сходящиеся в самой нижней точке мениска.

Иногда на заднюю стенку бюреток бывает нанесена узкая синяя полоса на белом фоне. Мениск при этом представляется в виде двух сходящихся конусов, между которыми находится деление шкалы бюретки.

В тех случаях, когда на сливном кончике бюретки свисает капля, ее удаляют путем соприкосновения со стенкой сосуда-приемника, например, со стаканом.

6 В ходе титрования *раствор сливают* из бюретки медленно, небольшими порциями, чтобы жидкость успевала стекать с внутренних стенок. *Количество* анализируемого *раствора* (аликвота) должно быть таково, чтобы объем расходуемого титранта не превышал вместимость (номинал) бюретки. *Сливной конец* бюретки в ходе титрования должен

находиться в горле приемной колбы, но не должен соприкасаться с ее стенками.

7 В ходе проведения титрования *зажим* бюретки (кран) держат в левой руке, а в правой руке держат *колбу* за ее горло. Колбу вращают круговыми движениями для перемешивания раствора.

8 *Титрование заканчивают* при резком изменении цвета раствора или другого параметра. Результат титрования считывают с бюретки после закрытия крана.

Мерные колбы представляют собой плоскодонные круглые сосуды с длинным узким горлом, на котором нанесена кольцевая метка - риска. Они изготавливаются из химико-лабораторного стекла групп ХС2 или ХС3 по ГОСТ 21400 или из медицинского стекла по ГОСТ 19808 с минимальным количеством видимых дефектов таких как окалина, трещины, царапины, крошки, пузыри и т.п.

Мерные колбы применяют для приготовления растворов строго определенной концентрации, т.е. стандартных растворов, а также для разбавления имеющихся растворов до указанных объёмов. Поэтому их нельзя применять для отмеривания точного объема раствора с последующим его выливанием.

Колбы изготавливают в четырех исполнениях (рис. 44) 1 и 2 класса точности:

Мерные колбы калибруют на наливной объем («н»), т.е. при наполнении колбы раствором до риски объем раствора точно соответствует указанному. В ряде случаев колбы калибруют одновременно на вливание (налив) и выливание (отлив, «о»), а на горлышко колбы наносится две риски.

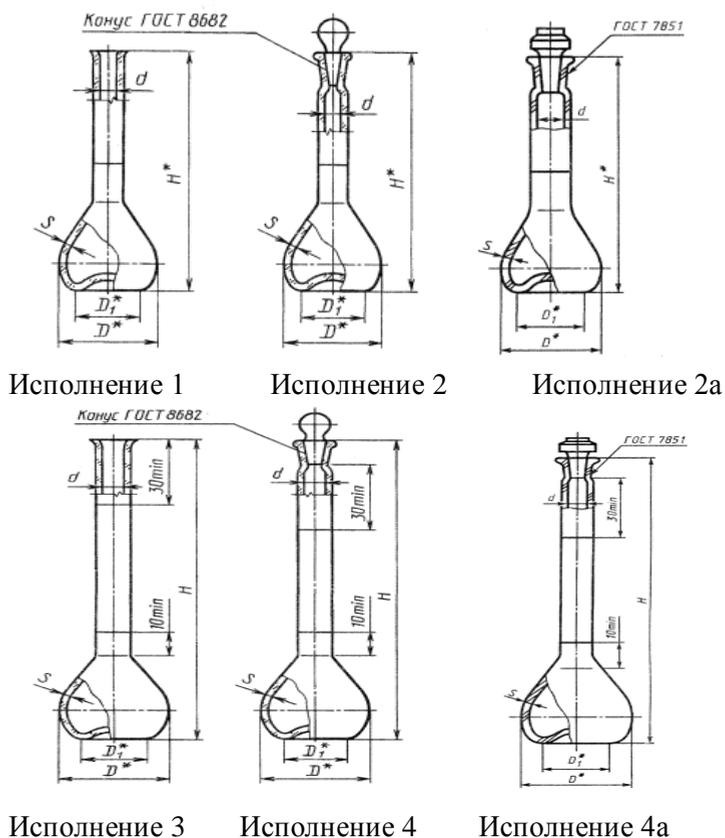


Рис.44 Мерные колбы исполнения:

- 1 - с одной меткой; 2 - с одной меткой и шлифованной пробкой;
- 2а - с одной меткой и пластмассовой пробкой;
- 3 - с двумя отметками; 4 - с двумя отметками и шлифованной пробкой; 4а - с двумя отметками и пластмассовой пробкой.

Допускаемые отклонения от номинальной вместимости мерных колб при температуре 20 °С (по ГОСТ 1770) приведены в таблице 10.

Таблица 10 Допускаемые отклонения от номинальной вместимости

Номинальная вместимость, см ³	25	50	100	200	250	500	1000	2000
Предел допускаемой погрешности								
1 класс	± 0,04	± 0,06	± 0,10	± 0,15	± 0,15	± 0,25	± 0,40	± 0,60
2 класс	± 0,08	± 0,12	± 0,20	± 0,30	± 0,30	± 0,50	± 0,80	± 1,20

Правила работы с мерными колбами

1 Перед приготовлением растворов мерные колбы предварительно *моют* в соответствии с правилами мытья мерной посуды. Далее колбы *ополаскивают* несколько раз дистиллированной водой. Ополаскивать колбы раствором, как при работе с пипетками и бюретками, нельзя, поскольку колбы предназначены для приготовления растворов точной концентрации.

2 Мерную колбу *заполняют* на $1/2$ или $2/3$ объема растворителем.

3 *Добавляют* растворяемое *вещество* в виде раствора или навески сухого порошка и *перемешивают* содержимое колбы кругообразными движениями.

Навески сухих веществ (в том числе содержимое фиксалялов) или имеющийся раствор (при его разбавлении) вносят в мерную колбу через воронку, смывая затем остаток вещества с воронки (и ополаскивая ампулу фиксаляла) дистиллированной водой.

4 Затем струйно *добавляют растворитель* до горла колбы, а далее - небольшими порциями. Последние миллилитры раствора добавляют по каплям с помощью пипетки до тех пор, пока нижний край мениска раствора не совпадет с риской на шейке колбы.

При этом глаза аналитика должны находиться на уровне риски, а колбу нужно держать на весу за шейку, а не за дно, чтобы избежать нагрева содержимого колбы.

5 *Колбу закрывают пробкой. Раствор перемешивают*, переворачивая колбу 3-4 раза вверх дном и встряхивая кругообразными движениями.

При работе мерными колбами не рекомендуется:

- хранить полученный раствор в мерной колбе. После приготовления его необходимо перенести в предназначенную для этих целей склянку, снабжённую хорошо притёртой стеклянной пробкой;

- заполнять растворами красителей, трудносмываемых со стенок колбы;
- нагревать растворы в мерных колбах.

1.3.2 Цилиндры. Мензурки. Градуированные пробирки

Мерные цилиндры – это цилиндрические сосуды различной вместимости с нанесенными на наружной стенке делениями, которые указывают объем в см³. Их калибруют, на наливание и отливание. Чтобы отмерить необходимый объем жидкости, ее наливают в мерный цилиндр до тех пор, пока нижний мениск не достигнет уровня нужного деления.

Цилиндры изготавливают 1 и 2 классов точности из химико-лабораторного стекла или из современных полимерных материалов. Их изготавливают по ГОСТ 1770 исполнений 1, 2, 2а, 3, 4 и 4а в соответствии с рисунками 45 и 46 и таблицами 11 и 12. Стекланные цилиндры могут иметь пластмассовое основание.

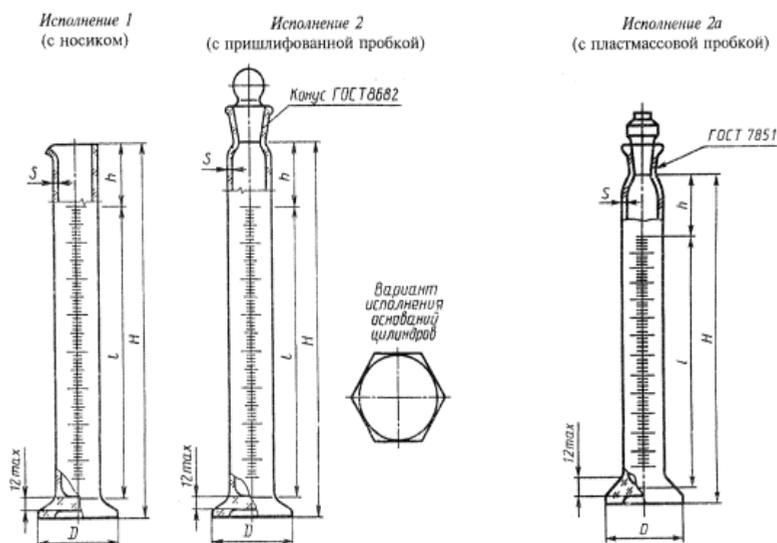


Рис. 45 . Цилиндры исполнений 1, 2 и 2а

Объемы летучих кислот, органических растворителей или жидких растворов газов обычно измеряют при помощи

мерных цилиндров с притертой пробкой из стекла, фторопласта или полиэтилена. Такие цилиндры удобны и для оценки объемов жидких гетерофазных систем.

Примечание. По требованию заказчика допускается изготавливать цилиндры вместимостью 10 см³ и 100 см³ с градуировкой от нуля.

Таблица 11 Цилиндры исполнений 1,2 и 2а, размеры в мм

Вместимость цилиндров, см ³	Цена наименьшего деления, см ³	Объем, соответствующий нижней отметке, см ³	D, не менее	H, не более	h, не менее	l, не менее	S		Обозначение конуса по ГОСТ 8682
							Номинал	Пред. откл.	
5	0,1	0,5	30	115	20	55	1,3	±0,3	7/16; 10/19
10	0,2	1,0	40	140	20	65	1,5	±0,5	10/19
25	0,5	3,0	45	170	25	85			14/23
50	1,0	5,0	50	200	30	110	≥1,1	-	14/23; 19/26
100	1,0	10,0	60	260	35	145			19/26; 24/29
250	2,0	20,0	70	335	40	200	≥1,5	-	19/26; 29/32
500	5,0	50,0	90	390	45	250			20/32; 34/35
1000	10,0	100,0	115	470	50	310			29/32; 45/40
2000	20,0	200,0	140	570	50	380			34/35; 45/40

Таблица 12 Цилиндры исполнений 3, 4 и 4а, размеры в см³

Вместимость цилиндров, см ³	Цена наименьшего деления, см ³	Объем, соответствующий нижней отметке, см ³	D, не менее	H, не более	h, не менее	H1, не менее	l, не менее	S		Обозначение конуса по ГОСТ 8682
								Номинал	Пред. откл.	
25	0,5	3,0	45	170	25	25	85	1,3	±0,3	14/23
50	1,0	5,0	50	200	30	28	110	1,5	±0,5	14/23; 19/26
100	1,0	10,0	60	260	35	32	145			19/26; 24/29
250	2,0	20,0	70	335	40	40	200			19/26; 29/32

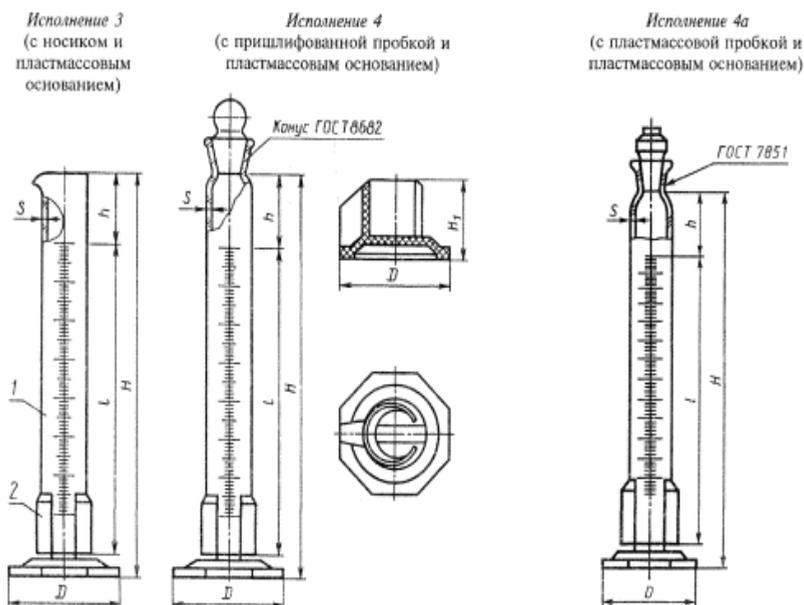


Рис. 46 Цилиндры исполнений 3,4 и 4а
1 - цилиндр; 2 - основание

Мензурки (от лат. mensura - мера, мерка) – это сосуды конической формы, у которых деления нанесены на наружной поверхности. Они предназначены для измерения объемов жидкости, в см^3 (рис. 47).

Мензурки также применяют для измерения объема осадков ходе отстаивания суспензий и собирающихся в нижней части мензурки.

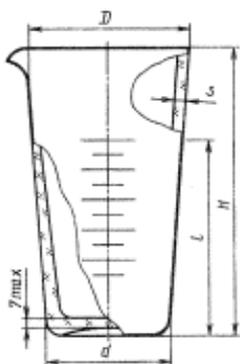


Рис. 47 Мензурка

Мензурки используют также для определения объемов двух несмешивающихся жидких фаз, одна из которых, большей плотности, присутствует в малом количестве. Эти сосуды калибруют на отлив и изготавливаются в соответствии с таблицей 13 по ГОСТ 1770.

Таблица 13 Мензурки, размеры в мм

Вместимость мензурок, см ³	Цена наименьшего деления, см ³	Объем, соответствующий нижней отметке, см ³ , не более	H		D		h		l, не менее	S	
			Номинал	Пред. откл.	Номинал	Пред. откл.	Номинал	Пред. откл.		Номинал	Пред. откл.
50	5	5	80		45		32	±2	50	1,5	-0,5
100	10	10	100	±5	56	±2	38		65		+0,8
250	25	25	120		75		55		80	1,7	
500	25	50	150		95		70	±3	100		±0,6
1000	50	100	170	±10	122	±3	90		130	2,0	

Пробирки мерные применяются для определения объема при химических операциях и для проведения в небольшом масштабе простых химических реакций с измерением объема. Их можно использовать также, как и мерные цилиндры. Центрифужные пробирки (рис. 48, исполнение 1) служат для одновременного измерения объема осадка и надосадочной жидкости после центрифугирования взвеси. Они представляют собой цилиндрические или конические трубки с закругленным дном и верхним рантом.

Деления нанесены на всю длину пробки. Градуировка пробирок производится на выливание. Допускаемая погрешность соответствует цене деления шкалы. Выпускаются пробирки из химически стойкого лабораторного стекла. Также выпускают мерные пробирки со шлифом, притертой пробкой и градуировкой. Они предназначены для отмеривания объема растворов химических веществ, а также для хранения растворов.

В ГОСТ 1770 описаны мерные пробирки двух исполнений (рис. 48, табл. 14):

- конусообразные градуированные мерные пробирки - исполнение 1(П-1);

- мерные пробирки со шлифом - исполнение 2 (П-2), муфта КШ 14/23, возможна комплектация массивными стеклянными или пластмассовыми пробками.

В ТУ 92-891.021-91 выделены мерные пробирки исполнения 2а, не имеющие шлифа в отличие от пробирок исполнения 2.

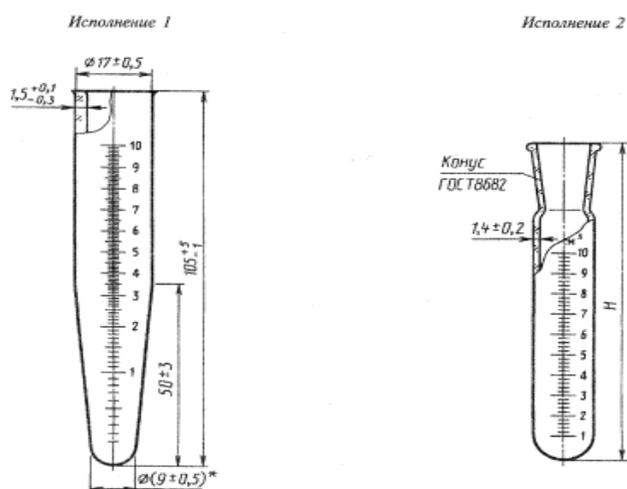


Рис.48. Пробирки мерные центрифужные (исп. 1) П-1; пробирка мерная со шлифом (исп. 2) П-2

Таблица 14 Размеры пробирок, мм

Номинальная вместимость, см ³	H ±5	Цена деления, см ³	Обозначение конуса по ГОСТ 8682
5	90	0,2	14/23
	110	0,1	10/19
10	150	0,2	14/23
15	180		
20	190		
25	210		

1.3.3 Определение вместимости стеклянных мер (средств измерения, мер)

Перед использованием мерной посуды необходимо проверить ее вместимость. Процедура проверки вместимости стеклянных мер - колб, цилиндров, мензурок, пробирок - проводится в соответствии с положениями ГОСТ 8.234-2013. Для проверки вместимости мер 2-го класса точности используется объемный метод, если в лаборатории имеются меры 1-го класса – массовый метод. Он заключается в определении массы дистиллированной воды (по ГОСТ 6709) при данной температуре и атмосферном давлении. По найденной массе воды определяют вместимость проверяемой меры.

В ходе проведения процедуры проверки должны соблюдаться следующие условия:

температура воды и окружающей среды - $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;

атмосферное давление – (84 - 106) кПа;

влажность воздуха – (30 - 80) %.

Измерение температуры воды проводят в конце процедуры проверки вместимости мер.

До проведения проверки вместимости производят внешний осмотр мер на соблюдение требований ГОСТ 1770 по отношению к цилиндрам, мензуркам, колбам и пробиркам, ГОСТ 29227-29229, ГОСТ 29169 – к пипеткам, и ГОСТ 29251-29253 – к бюреткам.

Для пипеток 2-го класса исполнений 4-8, бюреток 2-го класса, цилиндров, мензурок, пробирок *вместимость измеряют в двух точках* диапазона, соответствующих половинной или несколько менее половинной и полной вместимостям. *Измерение* вместимости *проводят не менее двух раз* для независимых наполнений. За абсолютную погрешность определения вместимости меры принимают наибольшее отклонение значения вместимости от номинального значения.

Вместимость определяют массовым методом путем взвешивания дистиллированной воды, наполняющей меру, на теххимических весах.

Алгоритм проведения процедуры проверки вместимости стеклянных мер массовым методом

1 Предварительно перед проверкой средства измерений *тщательно моют* мыльным раствором, а затем ополаскивают несколько раз дистиллированной водой. В случае сильного загрязнения стеклянных мер, их выдерживают в подкисленном или подщелоченном растворе перманганата калия, а затем ополаскивают концентрированной соляной кислотой и промывают дистиллированной водой. Если вода полностью стекает с внутренних стенок мер и не собирается на них в виде капель или полос, то меры считают чистыми.

2 После очистки *наливные* меры *высушивают* в сушильном шкафу. Также можно ополоснуть ректифицированным этиловым спиртом и продуть резиновой грушей. Перед проверкой вместимости меры после очистки и высушивания выдерживают 3-5 часов. *Отливные* меры перед проверкой *смачивают* дистиллированной водой: воду наливают в проверяемую меру и дают постоять 1-2 мин, после чего выливают.

3 Наполнение водой

а) *мерные колбы* наполняют водой с помощью бюретки или пипетки до круговой метки таким образом, чтобы не смочить горлышко колбы выше риски. Последние капли воды добавляют так, чтобы нижний край мениска касался риски. Для получения резко очерченного контура мениска при снятии показаний используют экран из молочного стекла, окрашенного белой краской, или экран из белой бумаги;

б) *пипетки* в ходе наполнения опускают нижним концом в стакан с водой и втягивают дистиллированную воду несколько выше риски. Убирают воду с внешней стороны пипетки с помощью фильтровальной бумаги движением сверху вниз и медленно опускают мениск до риски. При этом конец пипетки должен соприкоснуться с влажной стенкой стакана: в этом случае не требуется удалять каплю воды с конца пипетки.

4 Слив воды из мер

а) *из колбы* слив воды производят постепенным наклоном ее до вертикального положения горлом вниз. В таком положении выдерживают колбу в течение (30-60)с до тех пор, пока вся вода не стечет со стенок;

б) *из пипетки* - нижним концом пипетки касаются стенки стакана, в который проводят слив воды. Мениск должен в конце слива находиться на несколько миллиметров выше нижней отметки шкалы. Вода со стенок пипетки должна стекать еще 30 с, после чего сливают последние капли воды в приемный стакан;

в) *из бюретки* – мениск устанавливают на нулевую отметку шкалы, после этого полностью открывают кран и сливают воду в стакан. Мениск должен быть установлен на несколько миллиметров выше нужного значения риски. Через 30 секунд кран снова приоткрывают и устанавливают мениск на нужном значении отметки шкалы.

5 Определение вместимости

а) *наливной колбы:*

чистую и сухую колбу *взвешивают* на весах, а затем *наполняют* дистиллированной водой до риски и снова *взвешивают*.

Затем *измеряют температуру* воды непосредственно в колбе или в сосуде, из которого отбирали воду для проверки.

Вместимость меры определяют по формуле:

$$V_{20} = (m_3 - m_n) \cdot Z,$$

где V_{20} – действительная вместимость меры, приведенная к 20°C , см^3 ;

m_3 – масса заполненной меры, г;

m_n – масса пустой меры, г;

Z – коэффициент, значение которого приведено в таблице 15 (ГОСТ 8.234).

Таблица 15 Значение коэффициента Z

Барометрическое давление		Температура, $^{\circ}\text{C}$				
кПа	мм. рт. ст.	17	18	19	20	21
77,33	580	1,00210	1,00226	1,00243	1,00262	1,00281
79,99	600	1,00212	1,00229	1,00246	1,00265	1,00284
82,66	620	1,00215	1,00232	1,00249	1,00267	1,00287
85,33	640	1,00218	1,00234	1,00251	1,00270	1,00289
87,99	660	1,00221	1,00237	1,00254	1,00272	1,00292
90,66	680	1,00224	1,00240	1,00257	1,00275	1,00295
93,33	700	1,00226	1,00243	1,00259	1,00278	1,00298
95,99	720	1,00229	1,00246	1,00262	1,00281	1,00301
98,66	740	1,00232	1,00248	1,00266	1,00284	1,00303
101,32	760	1,00235	1,00251	1,00268	1,00286	1,00306
103,99	780	1,00238	1,00254	1,00271	1,00289	1,00309
106,66	800	1,00240	1,00257	1,00273	1,00292	1,00311
Барометрическое давление		Температура, $^{\circ}\text{C}$				
кПа	мм. рт. ст.	22	23	24	25	26
77,33	580	1,00302	1,00323	1,00346	1,00370	1,00394
79,99	600	1,00304	1,00326	1,00348	1,00372	1,00397
82,66	620	1,00307	1,00328	1,00351	1,00375	1,00399
85,33	640	1,00310	1,00331	1,00354	1,00378	1,00402
87,99	660	1,00312	1,00334	1,00357	1,00380	1,00405
90,66	680	1,00316	1,00337	1,00359	1,00383	1,00407
93,33	700	1,00318	1,00340	1,00362	1,00386	1,00410
95,99	720	1,00321	1,00342	1,00365	1,00389	1,00413
98,66	740	1,00324	1,00345	1,00367	1,00391	1,00415
101,32	760	1,00326	1,00348	1,00370	1,00393	1,00418
103,99	780	1,00329	1,00350	1,00373	1,00397	1,00421
106,66	800	1,00331	1,00353	1,00375	1,00399	1,00424

Разность между значениями номинальной вместимости и найденным объемом составляет значение поправки:

$$\Delta V = V_{\text{номин.}} - V_{20}.$$

Значение отклонения (поправки) от номинальной вместимости наливной колбы не должно превышать допускаемого значения, указанного в ГОСТ 1770 (табл. 9).

б) бюретки:

Проверяют следующие диапазоны шкалы:

0–0,5, 0–1 и 0–2 см³ для бюреток исполнений 1,2,4-7 вместимостью 1 и 2 см³;

0–2 и 0–5 см³ для бюреток исполнений 1,2,4-7 вместимостью 5 см³;

0–2, 0–5 и 0–10 см³ то же, вместимостью 10 см³;

0–5, 0–10, 0–15, 0–20 и 0–25 см³ для бюреток исполнений 1,2,4,5 вместимостью 25 см³;

0–10, 0–20, 0–30 и 0–40 и 0–50 см³ то же, вместимостью 50 см³;

0–20, 0–40, 0–60 и 0–80 и 0–100 см³ то же, вместимостью 100 см³.

Проверку вместимости бюреток массовым методом проводят следующим образом:

- закрепляют бюретку в штативе вертикально с помощью лапки, в ее верхнее отверстие вставляют воронку. Наполняют бюретку дистиллированной водой и вытесняют воздух из носика бюретки, открыв кран или зажим на резиновой трубке, сливая некоторое количество воды полной струей.

- вновь заполняют бюретку водой на 1 – 2 см выше нулевой отметки шкалы и устанавливают мениск на нулевой отметке, сливая постепенно излишек воды.

- взвешивают чистый сухой стакан вместе с покровным стеклом. Из бюретки сливают в стакан воду до проверяемой отметки шкалы. Стакан закрывают покровным стеклом и взвешивают. Далее проверяют следующую отметку шкалы

бюретки и т.д. Воду из стакана не сливают до конца проверки на полную вместимость бюретки.

- полученные результаты проверки записывают в виде таблицы поправок:

Отсчет по бюретке, см ³	Масса бюкса с водой, г	Масса воды, г	Объем воды по номиналу, см ³	Объем воды найденный, см ³	ΔV , см ³

и строят график кривой поправок вместимости бюретки в координатах $\Delta V = f(V_{\text{номинал.}})$, которым пользуются для определения истинного объема при отсчетах по бюретке.

б) *пипетки*

Проверку вместимости пипеток с одной риской (пипетки Мора) также возможно проводить массовым методом. Процедура определения вместимости аналогична таковой для мерных колб.

1.4 Лабораторная посуда из кварцевого стекла

Кварцевое стекло (плавленый кварц) производится путем расплавления кварцевого песка, горного хрусталя, жильного кварца, а также оксида кремния, полученного искусственным путем в кислородно-водородном пламени или в электропечах. В результате, удается создать два вида кварцевого стекла – прозрачное (оптическое и техническое) и непрозрачное. Непрозрачность объясняется наличием крошечных пузырьков газа диаметром от 0,03 до 0,3 мкм, которые рассеивают свет. Фактически состав кварцевого стекла - один лишь диоксид кремния (кремнезем). Технические условия на кварцевое стекло описаны в ГОСТ 15130-86.

Силикатное стекло обладает низкими показателями электропроводности, поэтому оно часто используется как

диэлектрик в сложных электроприборах. Важными свойствами, которыми обладают кварцевые стекла, можно разделить на следующие группы:

1 Термические. Устойчивость к высоким температурам (1200°C), коэффициент линейного термического расширения менее $1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ в диапазоне температур от 20 до 1400 °C (в 15 раз выше, чем у обычного стекла). Этим обуславливается и стойкость к резким перепадам критических температур.

2 Химические. Стекло химически нейтрально, не вступает в реакцию со всеми щелочами и кислотами (кроме фосфорной и плавиковой).

3 Оптические. Показатель преломления кварцевого стекла в 150 раз ниже, чем у обычных силикатных стекол ($n_e = 1,46008$). Благодаря этому оно безупречно пропускает не только солнечный и обычный свет, но и не задерживает ни инфракрасное, ни ультрафиолетовое излучение, в том числе невосприимчиво к ионному и лазерному излучениям;

4 Кварцевое стекло – диэлектрик, удельная электропроводность при 20 °C – ($10^{-14} - 10^{-16}$) $\text{Om}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$, тангенс угла диэлектрических потерь при температуре 20 °C и частоте 10^{16} Гц равен 0,0025 – 0,0006.

5 Стойкость к высокому уровню давления, а также к вибрации.

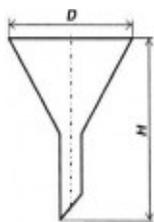
Из силикатного стекла изготавливается большое количество разнообразной продукции. В научных и производственных лабораториях востребованы трубки из кварцевого стекла для замеров уровня жидкости, изготовления электронагревательных приборов, проведения химических реакций и хранения агрессивных веществ. (ГОСТ 4.321-85 Система показателей качества продукции. Посуда и оборудование лабораторные из кварца и фарфора. Номенклатура показателей).

Из этого материала изготавливают и лабораторную химическую посуду - стеклянные колбы, тигли, стаканы,

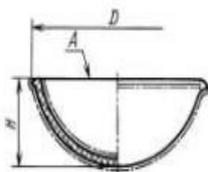
выпарительные чаши, пробирки, наконечники и воронки. К достоинствам такой посуды относятся прозрачность, химическая и термическая стойкость, стойкость к перепадам температур. Не лишена она и недостатков кварцевого стекла: невысокий уровень прочности - довольно легко бьется. Кроме того, кварцевая посуда не подходит для работы с фтористоводородной кислотой, щелочами, некоторыми карбонатами металлов при повышенных температурах.

Часто из непрозрачного кварца, как более дешевого материала, делают большие сосуды, в которые впаивают трубки или окна из прозрачного кварца. Непрозрачное кварцевое стекло часто служит сырьём для производства термостойкого огнеупорного материала — кварцевой керамики. Для нее свойственна высокая степень защиты от радиоактивных излучений и особая кислото- и термостойкость.

Согласно ГОСТ 19908 лабораторная посуда из прозрачного кварцевого стекла выпускается следующих типов:



Воронки кварцевые. Применяются для работы с кислыми и нейтральными веществами при температурах до 1000°C.



Чаши из прозрачного кварцевого стекла различных типоразмеров, ёмкостью от 40 до 200 см³, рассчитаны на работу в термических условиях до 1000 °С.



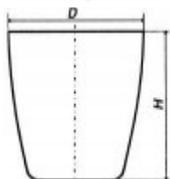
Стаканы кварцевые следующих типов:
 ВН - высокие с носиком, П - плоскодонные,
 ВБН - высокие без носика, Кн – конические
 НН - низкие с носиком, НБН - низкие без
 носика



Кварцевые пробирки применяются для работы
 с кислыми и нейтральными веществами
 при температурах до 1000°C



Наконечники предназначены для
 термоэлектрических термометров работающих
 при температурах до 1000°C



Тигли из прозрачного кварцевого стекла
 Высокие - В и низкие - Н, емкостью от 10 до
 100 см³

II Оборудование и лабораторная посуда из фарфора



Наряду со стеклянной посудой и оборудованием в химической лаборатории применяются и фарфоровые изделия. Наиболее часто используются *стаканы, выпарительные чашки, ступки с пестиком, тигли, воронки, кружки*. Фарфоровая посуда имеет ряд преимуществ перед стеклянной: более прочная, выдерживает резкие перепады температур, устойчива к горячим кислотам, кроме фосфорной и фтороводородной.

Недостатком посуды из фарфора является то, что она непрозрачная и тяжелая, неустойчива к концентрированным растворам щелочей.

Фарфоровая лабораторная посуда и оборудование изготавливаются в соответствии с требованиями ГОСТ 9147-80. Требования этого документа распространяются на лабораторную фарфоровую посуду, предназначенную для проведения анализов. В состав разных видов фарфора входит (20-60)% оксида алюминия (каолина), (20-40)% кварца и (20-60) % полевого шпата.

Поверхность всех фарфоровых изделий, за некоторым исключением, например, крышек к тиглю исполнения 2, лодочек, наружной поверхности ступки, нижней части пестика, должны быть равномерно покрыты глазурью. Цвет глазурованного покрытия должен быть белым. Допускается желтовато-серый оттенок. Глазурованное покрытие должно быть глянцевым и чистым, допускается незначительная матовость. На поверхности изделий не допускаются трещины, пузыри и другие дефекты. Фарфоровые изделия, поставленные на горизонтальную поверхность должны сохранять устойчивость. При наклоне поверхности на 15° изделия не должны опрокидываться.

Носики стаканов, выпарительных чашек и кастрюль должны быть симметричной формы и обеспечивать слив жидкости без подтекания в процессе слива. Допускается изготавливать ступки без носика.

В сетке воронок Бюхнера расположение отверстий должно быть радиальное, а у тиглей Гуча - по концентрическим окружностям, отверстия не должны быть залиты глазурью. Расстояние от крайних фильтрующих отверстий до вертикальной стенки воронки Бюхнера должно быть 10 мм и более. Отклонение поверхности сетки воронок Бюхнера от горизонтальной плоскости не должно быть более 3 мм.

На стаканах, кружках, кастрюлях, выпарительных чашках № 6-9, на барабанах наносят подглазурной краской товарный знак предприятия-изготовителя и номинальную вместимость.

На тиглях № 3-6, воронках Бюхнера, выпарительных чашках № 3-6, ступках, пестиках, ложках, шпателях № 2-4, вставках для эксикаторов наносят лишь товарный знак предприятия-изготовителя.

На тиглях № 1 и 2, лодочках, чашках выпарительных № 1 и 2, ложках и шпателях № 1 товарный знак наносят на упаковке.

Стаканы – цилиндрические сосуды с носиками. Их выпускают девяти номеров вместимостью 25, 50, 150, 250, 400, 600, 1000, 2000, 4000 см³. Применяют в лабораториях для растворения веществ, нагревания на водяной или песочной бане (рис. 49).

Кружки с ручками и носиками – высокие, толстостенные сосуды, выпускают емкостью 250, 500, 1000, 1500, 2000 см³. В лабораториях их используют для приготовления химически агрессивных растворов (например, хромовой смеси), смешивания кислот, приготовления концентрированных растворов щелочей, для разлива кислот (рис. 50).

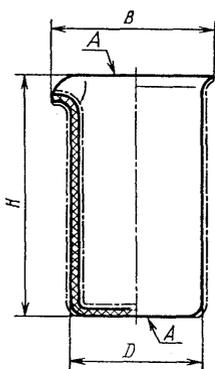


Рис. 49 Стакан

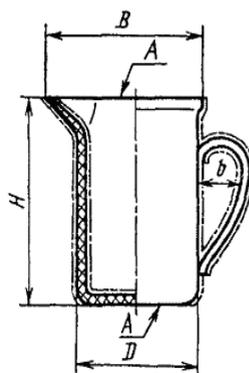


Рис. 50 Кружка

Выпарительные чашки – круглодонные тонкостенные невысокие сосуды с носиком для слива жидкости, выпускают девяти размеров объемом от 25 до 4000 см³. Они служат для выпаривания растворов до сухого остатка, как на открытом огне, так и на водяной или песчаной бане, нагревание на которых происходит более равномерно (рис. 51).

Кастрюли – круглые плоскодонные невысокие сосуды с ручкой и носиком для слива, они имеют широкий спектр применения - для подогрева, выпаривания, для переливания жидкости в качестве ковша и так далее. Глазурована внутренняя и наружная поверхность (верхняя кромка и верхняя сторона дна не покрываются). Их выпускают следующих размеров: 100, 250, 500, 1000, 2000 см³ (рис. 52).

Ступка и пестик – круглые плоскодонные толстостенные невысокие сосуды с носиком (рис. 53). Выпускаются с наружным диаметром от 50 до 240 мм.

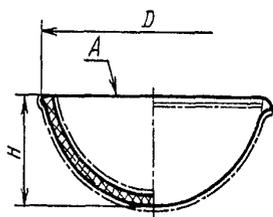


Рис. 51 Выпарительная чашка

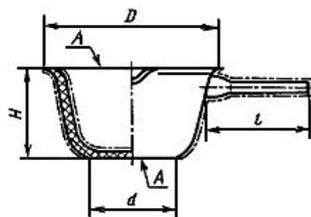


Рис. 52 Кастрюля

Используются для тонкого измельчения небольших количеств твердых веществ и для перемешивания нескольких веществ. Пробы измельчают в ступках с применением пестика и насыпаются в ступку не более, чем на 1/3 ее объема. Крупные куски осторожно разбивают пестиком. Затем кругообразными движениями растирают вещество так, чтобы

оно не высыпалось из ступки. Для лучшего измельчения внутренняя сторона ступки не покрыта глазурью и имеет небольшую шероховатость.

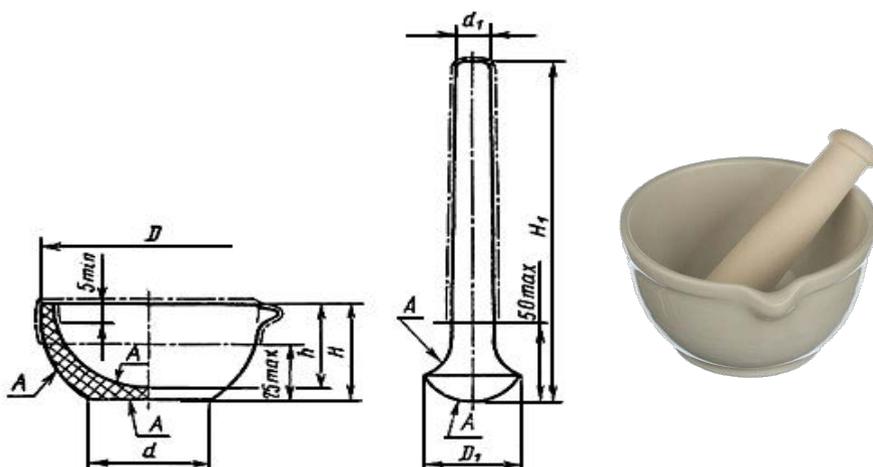


Рис. 53 Ступка и пестик

В некоторых случаях в ступке проводят растворение вещества. Растворитель приливают к сухой пробе небольшими порциями при постоянном перемешивании пестиком. После растворения пестик и ступку ополаскивают остатками растворителя, объединяя затем с полученным ранее раствором.

Ручка пестика покрыта глазурью, рабочая часть не покрывается. После окончания работы очищают с помощью шпателя сначала пестик, затем – стенки ступки, далее высыпают измельченное вещество в заранее подготовленную посуду.

Воронки Бюхнера - применяют для фильтрования различных растворов с использованием фильтровальной бумаги. Фильтрование проводится под вакуумом. Они имеют перегородку с отверстиями между цилиндрической и конусной частью. Отверстия на перегородке расположены радиально (рис. 54). Изготавливаются воронки с наружным диаметром 65, 80, 100, 130, 175 и 215 мм. Внутреннюю и

наружную стенку воронки (за исключением верхней кромки) равномерно покрывают глазурью.

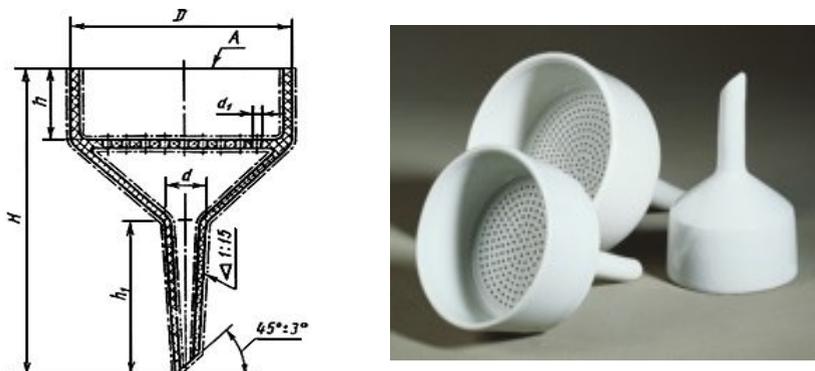


Рис. 54. Фарфоровая воронка Бюхнера

Для работы воронку вставляют через резиновую пробку в колбу Бунзена. На перегородку воронки укладывают два кружка фильтровальной бумаги, диаметр которых примерно на 1 мм меньше внутреннего диаметра воронки. Для этого нужно взять лист фильтровальной бумаги, наложить его сверху на воронку и слегка надавить ладонью. На бумаге получается отпечаток верхнего края воронки; обрезав по нему бумагу ножницами, окончательно подгоняют фильтр до нужной величины. Запас кружков из фильтровальной бумаги можно хранить в эксикаторе, в большом бюксе или в чашке Петри.

Уложенный в воронку фильтр слегка смачивают дистиллированной водой или той жидкостью, которую будут фильтровать. Влажная фильтровальная бумага плотно прижимается к сетчатой перегородке, что предотвращает попадание частиц осадка в фильтрат.

Ложки и шпатели - применяют в химических лабораториях для снятия осадков с фильтров, для отбора и растирания веществ и т.п. (рис. 55 и 56). Их поверхность полностью покрыта глазурью.

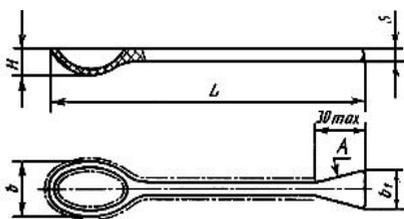


Рис. 55 Ложка фарфоровая

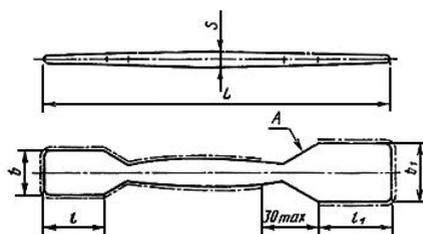
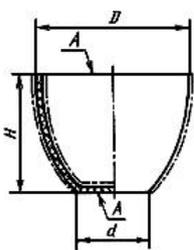
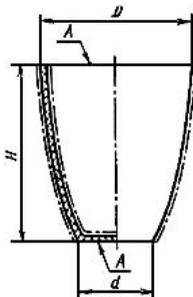


Рис. 56 Шпатель фарфоровый

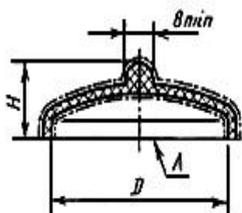
Тигли – сосуды разной емкости, которые имеют форму усеченного конуса и снабжены крышкой (рис. 57).



а)



б)



в)

Рис. 57 Низкий (а) и высокий (б) тигли. Крышки к тиглям (в)

Крышки используют для закрывания тиглей во время работы с ними во избежание разбрызгивания или распыления вещества. Выпускают тигли низкие и высокие.

Низкие тигли выпускают шести номеров, высотой от 15 до 57 мм, они имеют верхний диаметр от 25 до 75 мм. Высокие тигли выпускают пяти номеров высотой – от 25 до 70 мм, верхний диаметр - от 20 до 55 мм.

В химических лабораториях тигли используют для нагрева, сушки, прокаливания и сжигания (озоления) различных веществ. Нагревание проводят без асбестовой сетки, непосредственно на открытом огне горелки и/или в муфельной печи до температуры 1200 °С. Для нагревания тигля можно использовать фарфоровый треугольник (рис. 58) или специальную металлическую треногу-подставку (рис. 59). Вставленный в них тигель не должен выдаваться наружу более, чем на 1/3 своей высоты.

Во время работы тигель должен быть закрыт крышкой. Для наблюдения за ходом процесса прокаливания или сжигания крышку периодически снимают при помощи тигельных щипцов или пинцета. После окончания прокаливания или сжигания горелку отставляют, гасят, дают тиглю остыть, а затем помещают его в эксикатор.

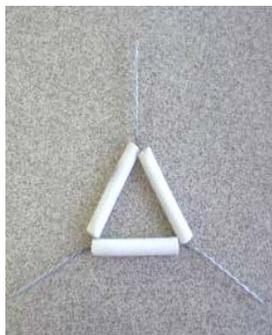


Рис. 58 Фарфоровый
треугольник

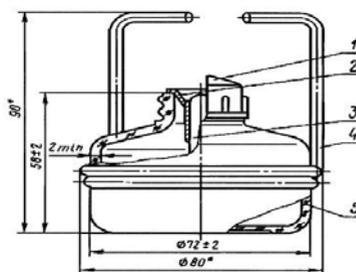


Рис. 59 Спиртовка с подставкой
под тигель: 1 – колпачок, 2 – втулка,
3 – фитиль, 4 – подставка, 5 - корпус

В фарфоровых тиглях нельзя работать с плавиковой кислотой и проводить сплавление со щелочными веществами, например с карбонатом натрия - фарфор при этом разрушается. Новые тигли предварительно кипятят:

последовательно в разбавленной соляной кислоте (1:1), в 5 н. растворе NaOH и в дистиллированной воде. Затем их промывают и прокаливают. Для остывания тигель можно поставить на асбестированную сетку.

Если тигли необходимо пронумеровать, используют специальную огнестойкую краску или чернила. Метку следует ставить на неглазурованной части тигля, лучше всего на доньшке. Состав такой краски или чернил приведен в (Воскресенский): смешивают MnO_2 , ZnO , $Na_2B_4O_7$ в соотношении 10:10:1 (по массе), затем добавляют силикат натрия до консистенции, удобной для нанесения на тигель. Краска после высушивания выдерживает высокие температуры. Для этих же целей можно использовать кашицеобразный хлорид железа (III). Надпись, после нанесения на поверхность изделия, прокаливают.

Лодочки для сжигания – изготавливаются из специального термостойкого фарфора (они выдерживают нагревание до температуры не менее 1300 °С), чаще всего лодочки применяются для сжигания органических веществ. По форме лодочки выпускаются прямоугольные - для определения зольности (типа ЛЗ) (рис. 60) и для сжигания - типа ЛС (рис. 61). На одном из бортиков лодочки для сжигания имеется кольцо, за которое можно зацепить крючком при вытаскивании лодочки из печи. Глазурью лодочки не покрывают.

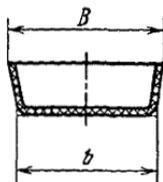
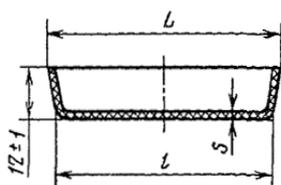


Рис. 60 Лодочка типа ЛЗ

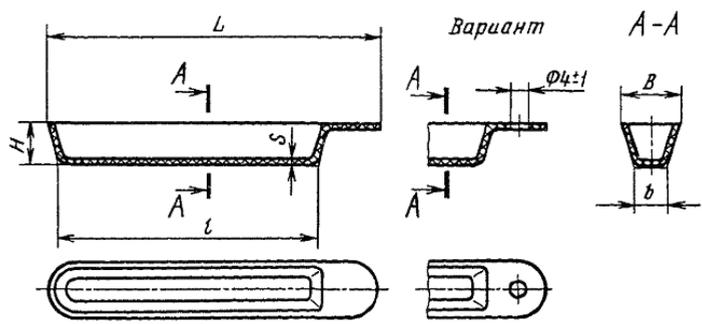


Рис. 61 Лодочка типа ЛС

Вставки для эксикаторов

Фарфоровая вкладка к эксикатору с малыми отверстиями, предназначенными для циркуляции воздуха, может использоваться в обычных эксикаторах и вакуумных эксикаторах (рис. 62).

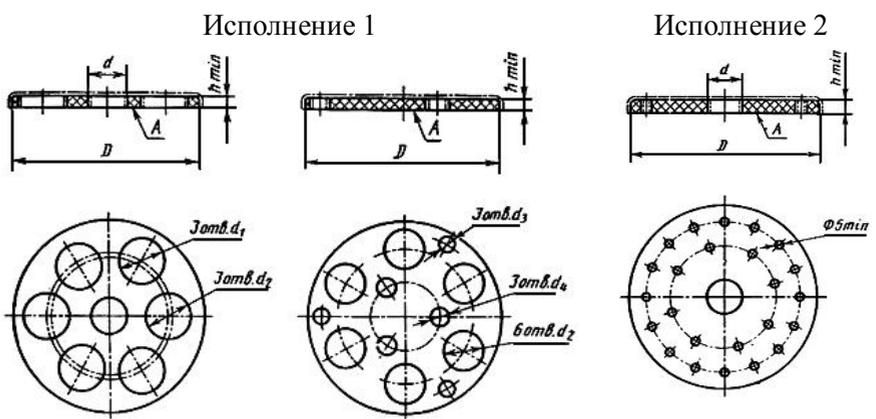


Рис. 62 Вставки для эксикаторов

Основное назначение фарфорового диска – ставить на него лабораторную посуду: весовые стаканчики с образцами и пробами, выпарные чашки с жидкостями, тигли с прокаленными веществами. Вкладыш устанавливается над

дном эксикатора так, чтобы под него можно было поместить осушитель или налить специальный раствор, обеспечивающий парциальное давление паров.

Фарфоровый диск ставится на специальный выступ, имеющийся в основании эксикатора.

III Металлическое оборудование и посуда



Металлическое оборудование в лабораториях применяют достаточно широко. Так, в каждой лаборатории имеются разнообразные лабораторные штативы (рис. 63),

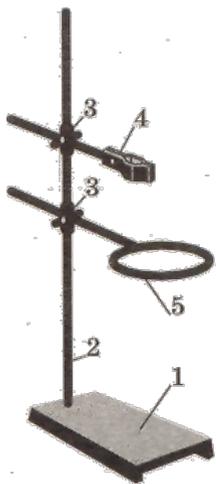


Рис. 63 Устройство лабораторного штатива:
1 – подставка; 2 – стержень;
3 – зажим (муфта);
4 – лапка; 5- кольцо

которые оснащены устройствами для крепления предметов любой формы, они применяются в ходе выполнении работ по перегонке, синтезу, перемешиванию, нагреванию и т.п. Конструктивно штатив представляет собой основание, стойку и набор держателей.

В комплект набора для универсальных штативов входят: лапки различной формы, кольца, держатели для лапок.

Лабораторный штатив ШЛ-1 (штатив Бунзена), штатив

лабораторный ПЭ-2700, штатив лабораторный универсальный ЛА-101 (ЛАБ-ШЛ) - это вспомогательное лабораторное оборудование. Оно служит для сборки, для установки и закрепления различной лабораторной посуды, колбогреек, нагревательных приборов.

Помимо стойки (700-750 мм) в состав штатива входят универсальные *лапки-держатели* – ЛТ-ДУ1-100-45, ЛТ-ДУ2-260-65, трехпальцевая - ЛТ-ДЗП-170-10;

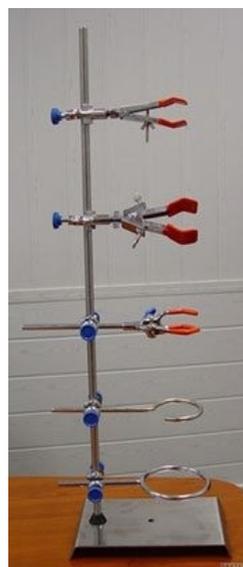
кольца разного диаметра, например, большое закрытое ЛТ-КБЗ-110, малое открытое ЛТ-КМО-804;

крестообразные *муфты* для крепления - универсальный крепежный узел ЛТ-КУ или ЛАБ-ДУ45 ($d_{\max} = 45$ мм); чугунное *основание* (250×280×25 мм) с прорезиненными вставками, у некоторых оснований имеется возможность установки стойки по центру. Основание штатива обычно выполнено из чугуна, стойка (штанга) - из нержавеющей стали.

Как правило, внутренняя часть губ лапок покрыта пробкой или пластиком, чтобы при зажимании не раздавить стекло; если же такая прослойка отсутствует, то на них надевают куски резиновой трубки.

Сборку штатива начинают с основания. Основание устанавливают на ровную горизонтальную поверхность. В основании закрепляют вертикальный стержень. На стержень устанавливают необходимое количество муфт. В муфтах закрепляют кольца, лапки для бюреток, колб и т.п.

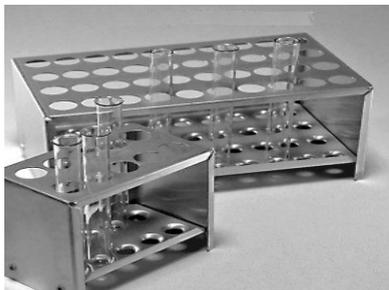
Кольцо используется для закрепления предметов круглого сечения с большим поперечным размером, например, колб. Держатель бюреток



позволяет зажимать один или два цилиндрических сосуда длиной не менее 100 мм, диаметром не более 20 мм каждый.

В качестве подставок для водяных бань, а также при нагревании больших сосудов используют металлические **треноги** разной конструкции.

Штативы лабораторные металлические ШЛМ6 (10,20,40,60) для пробирок предназначены для размещения



пробирок разнообразных типов - химических, биологических, центрифужных и других, диаметром не более 20 мм. Штативы изготавливают из специальных марок стали или сплава алюминия и химически обработаны для защиты изделия от коррозии.

Штативы для установки пробирок состоят из двух уровней. Верхний уровень — со сквозными отверстиями под пробирки, нижний — с гнездами, которые поддерживают дно пробирок. Боковые стенки штатива выполняют роль ножек при установке его на столе.

Зажимы. В лабораторной практике применяются зажимы для резиновых трубок и шлангов. Они бывают разнообразных конструкций и типов: винтовые или пружинные. В лабораториях чаще всего применяют винтовые зажимы Гофмана (рис. 64) и пружинные зажимы Мора (рис. 65). Их используют на пипетках и бюретках, не оснащенных сливным краном, на бутылках и колбах Бунзена; для перекрытия трубок, соединенных с вакуумным насосом, в водоструйных насосах, в различных химических установках.

Зажимы Мора сконструированы очень удобно и просты в использовании. Они подходят для трубок разного размера, от совсем тонких до шлангов диаметром 25 мм; для трубок разной степени упругости, изготовленных из разных материалов. Многообразные, изготавливаемые из стали, зажимы Мора не требуют ухода. Позволяют перекрывать

сквозной канал трубки не только полностью, но и частично, регулируя скорость прохождения жидкости или газа. При этом, конструкция зажима Мора позволяет использовать его на трубке многократно, так как риск повредить трубку минимален.

Зажимы Гофмана применяют в тех случаях, когда требуется значительная герметичность, и нет необходимости открывать их часто.

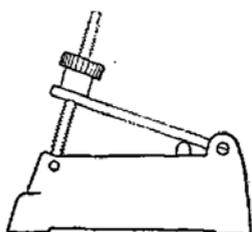


Рис. 64 Зажимы Гофмана



Рис. 65 Зажим Мора

Эти зажимы изготавливают следующих типов и исполнений: КТ-53-58.17 (разъем $L = 17\text{мм}$) и АБО КТ-53-58.25 (разъем $L = 25\text{ мм}$).



Прецизионный зажим

К винтовым зажимам относится также *прецизионный зажим*. Он имеет преимущество перед другими зажимами в том, что смонтирован на устойчивом металлическом цоколе и допускает очень точную

регулировку пружинящим рычагом. Завинчивая или отвинчивая гайку, можно фиксировать нужное положение.

Когда зажимом приходится пользоваться часто (например, на бюретках, на бутылках с дистиллированной водой), удобнее пользоваться зажимом Мора, например, КТ-59-63.40 (разъем $L=40\text{мм}$), КТ-59-63.70 (разъем $L=70\text{мм}$).

Зажимы Мора имеют некоторые недостатки, в частности, они не дают возможности достичь

равномерного зажимания. Значительно удобнее зажим, предложенный Боринцем. Этот зажим прост в обращении и не имеет недостатков, присущих зажиму Мора (рис. 66).

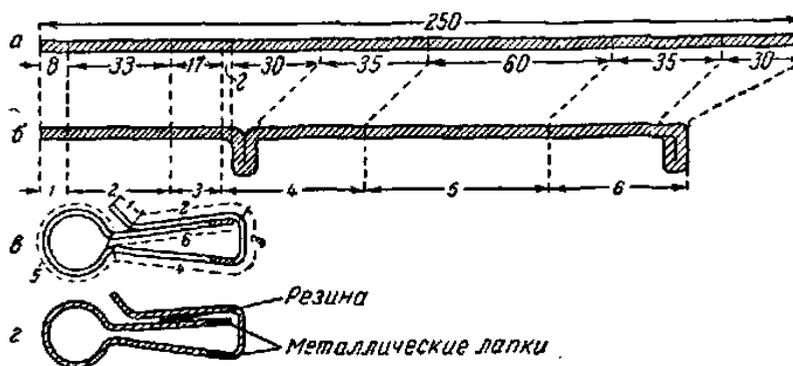


Рис. 66. Эскиз зажима конструкции Боринца:

а – металлическая полоса с сечением $3,5 \times 1,7$ мм;

б – та же полоса с согнутыми лапками;

в – схема изготовления зажима; г – зажим в рабочем положении.

Сита лабораторные применяются как для работы в лабораториях, так и при полевых работах: при пробоподготовке, для проведения гранулометрического анализа. В комплектацию к ситам входят поддоны и крышки. Конструкция сита представляет собой емкость с цилиндрическими стенками, роль которых выполняет металлическая обечайка, и дном в виде просеивающего элемента, к обечайке крепится шильдик (этикетка с торговой маркой и размером ячеек/отверстий) либо маркировка другого типа.



Сита изготавливаются в соответствии со следующими стандартами:

- металлотканые (с сеткой проволочной н/ж) с квадратными ячейками по ГОСТ 6613-86, ГОСТ 3826-82, ТУ-14-4-507-74, ТУ 14-4-

137-90. Сетки изготовлены из латуни, нержавеющей стали.

- лабораторные металло-пробивные ТУ 23.2.2068-94, ТУ 5.897-11722-95

- шелковые(полиамидные) по ГОСТ 4403-91.

В ГОСТ Р 51568-99 устанавливаются технические требования к лабораторным ситам, изготавливаемым из металлической проволочной сетки, и размером ячеек от 125 мм до 20 мкм в соответствии с ИСО 565.

Тигельные щипцы (рис. 67) служат для захватывания тиглей, крышек тиглей, выпарительных чашек и других предметов, нагретых до высоких температур. Обычно их изготавливают из железа и никелируют. Тигельные щипцы нужно класть на стол так, чтобы изогнутые концы их были обращены вверх.



Рис. 67 Тигельные щипцы

Пинцет (от фр. *pincette* - щипчики) – это приспособление для манипуляции небольшими предметами, которые неудобно или опасно брать незащищёнными руками (рис. 68). Пинцет состоит из двух рычагов 2 рода, (браши) соединённых вместе в одном закрепленном конце (точка опоры каждого рычага), с клещами на другой стороне. Он может иметь разную форму концевой части, включая точечную, прямую и сужающуюся, и должен быть коррозионностойким. Пинцетами пользуются при работе с металлическими щелочными и щелочноземельными металлами, при работе с разновесами и в других случаях.



Рис. 68. Пинцеты

Браши пинцетов расходятся клиновидно, в виде буквы «V». При соединении концы должны плотно прилегать друг к другу. Для этого на внутренней стороне кончиков выполняют насечки или зубчики разного вида или же самим кончикам придают специальную форму. По тому, как концы пинцета сходятся, проверяют его качество. При соединении зубчики или насечки должны плотно входить во впадины противоположной стороны.

Тигли металлические, используемые в лабораториях, могут быть медные, чугунные, стальные, из никеля, серебра, золота, платины и сплавов платины. Все они применяются в ходе химических анализов и при исследовательских работах. В тех случаях, когда требуется сплавление со щелочами и пероксидом натрия, применяют стальные тигли. Эти вещества не действуют так сильно на сталь, как на другие металлы, но анализируемые пробы могут загрязняться железом. Поэтому при анализе минералов, руд и сплавов для сплавления с перекисью натрия в настоящее время рекомендованы тигли из циркония. Тигли из металлов требуют тщательного ухода. Их следует чистить после каждого использования. Особо аккуратного обращения требуют платиновые тигли. В них нельзя сплавливать щелочи, пероксид натрия, оксиды бария и лития, нитраты и соли синильной кислоты, нельзя прокаливать



вещества, содержащие оксиды железа, соли таких металлов, как свинец, олово, висмут, сурьма и др.

Все изделия из платины перед использованием в ходе анализа следует вначале хорошо прокалить и затем обработать 6 н. раствором HCl до исчезновения желтизны (следов железа). Поверхность изделия должна быть серебристой, и не окрашенной. Остатки в платиновых тиглях после сплавления легко растворить в смесях Na_2CO_3 и $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$. Платиновую посуду нельзя прокаливать в соприкосновении с какими бы то ни было металлами, кроме платины. Поэтому для вынимания раскаленных платиновых тиглей из муфельной печи применяют специальные тигельные щипцы с платиновым наконечником.

Ступки металлические в большинстве случаев бывают медными, бронзовыми или латунными. Это самые высокостойкие к истиранию ступки. Они обладают высокой ударопрочностью, поэтому идеально подходят для растирания самых твердых веществ.



Ступки из чугуна используются реже из-за их меньшей прочности. Чугунные ступки больше подходят для измельчения мягких материалов. Недостатки таких ступок – хрупкость, большая пористость, которая может впитывать влагу или частички вещества, они быстро ржавеют. Поэтому в металлических ступках можно измельчать только те вещества, которые не действуют на металл ступки. Не рекомендуется помещать в ступку из металла такие вещества, как органические кислоты и твердые кислые соли. Обращение с металлическими ступками такое же, как и с фарфоровыми.



Чашки из платины, золота и других металлов (ГОСТ 6563) применяют для выпаривания растворов. Обращение с ними то же, что и с тиглями. Они бывают различных размеров и вместимости.

Держатели для пробирок (рис. 69) бывают металлические и деревянные. Их используют при нагревании пробирок. На рисунке 70 показан держатель для стаканов.



Рис.69 Держатели для пробирок



Рис.70 Держатель для стаканов

Лабораторные металлические предметы необходимо предохранять от ржавления. Поэтому, например, штативы, муфты, лапки следует раз в год покрывать специальным черным лаком. Треноги, зажимы, тигельные щипцы, пинцеты, металлические тигли, которые нельзя лакировать, следует очищать от ржавчины наждачной бумагой.

IV Посуда из новых материалов

4.1 Лабораторная посуда и изделия из пластмассы

Пластиковая лабораторная посуда в последние годы стала всё в большей степени заменять посуду из стекла. Это связано, прежде всего, с широким спектром применяемых пластиков и развитием технологии изготовления изделий. Лабораторная посуда может быть изготовлена из таких полимерных материалов, как:

- **полистирол** – это термопластичный полимер. Лабораторная посуда из полистирола используется наряду со стеклянной лабораторной посудой и обладает следующими

качествами: влагостойкость; высокая твердость; химическая стойкость (но подвержен растворению в ароматических и хлорированных алифатических углеводородах); безвредность. Посуда из полистирола не термостойка, диапазон рабочих температур (от -30 до +60) °С. Краткое обозначение лабораторной посуды из полистирола - «ПС».

• **полипропилен** – это термопластичный материал. Лабораторная полипропиленовая посуда (обозначение ПП или РР) также является заменой посуды из стекла. Для нее характерны следующие качества: хороший диэлектрик; плохая теплопроводность; устойчив к воздействию щелочей и кипящей воды, не растворяется в органических растворителях, но под действием азотной, серной кислот темнеет и разрушается. Диапазон рабочих температур (от -10 до +135) °С. Полипропилен более мутный материал, чем полистирол.

• **полиэтилен** – непрозрачный, термопластичный, прочный и эластичный материал, обозначение РЕ-LD и РЕ-HD – полиэтиден высокого и низкого давления. Лабораторная посуда из полиэтилена устойчива к действию щелочей, органических кислот, соляной и плавиковой кислот; разрушается под действием азотной кислоты, хлора и фтора. Диапазон рабочих температур (от -40 до +70) °С.

Эти традиционные материалы в настоящее время пополнились широким рядом других полимеров:

- Полиметилпентен (РМР);
- Фторсодержащих полимеры (РТФЕ, сополимер этилена с тетрафторэтиленом ЕТФЕ, перфторалкокси-сополимер РФА);
- Поликарбонат (РС);
- Полиформальдегид (РОМ);
- Полиамид (РА);
- Сополимер стирола с акрилонитрилом (SАН);
- Полиметилметакрилат (РММА);
- Полистирол (PS);
- Поливинилхлорид (РVС);

- Меламиноформальдегидная смола (MF).

При использовании посуды из этих полимеров с различными свойствами лаборатории могут полностью заменить хрупкую стеклянную посуду, поскольку полимерная посуда в некоторых случаях превосходит стеклянную по химической устойчивости и чистоте. Последнее свойство особо важно при использовании высокоточных методов анализа, когда ионы, переходящие из стекла в анализируемую среду, могут внести ошибку в результаты исследований.

Температурной устойчивости большинства пластиков вполне достаточно для проведения большинства работ в лаборатории, можно производить горячее фильтрование не разогревая перед этим фильтровальных воронок.

Лабораторная пластиковая посуда обладает антиадгезионной и гидрофобной поверхностью. Также она крайне высоко химически устойчива как к очень концентрированным или разбавленным щелочам и кислотам, так и к алифатическим спиртам, альдегидам, алифатическим углеводородам.

Промышленные предприятия выпускают широкий ассортимент лабораторной посуды из пластика, в том числе *мерную посуду*, стаканы, бутылки, промывалки, кюветы, пробирки, емкости для реактивов, *штативы для пробирок*, *зажимы с держателем* для титровальных установок и для пробирок и многое другое:

пипетки из пластика используются для решения множества задач в области медицины или химии.

поршневые пипетаторы (устройства для работы с пипетками), предназначенные для удобного и безопасного заполнения пипеток всех типов. Конструкция прибора напоминает устройство шприца, заполнение присоединенной к нему пипетки происходит за счет разряжения в рабочем цилиндре при подъеме поршня.

Одноразовые чашки Петри постепенно вытесняют из лабораторий своих стеклянных предшественниц. **Шпатель-ложечка**, широкий или узкий, намного удобнее, если выполнен из пластика. То же можно сказать про **стаканчики для анализаторов** и **универсальные наконечники для дозаторов**.

Выпускаются в большом ассортименте разнообразные емкости из пластика. Они легкие, удобные в использовании и не бьются. Например, **промывалки** — флаконы с плотно завинчивающейся крышкой из мягкого полиэтилена, в которую вмонтирована специальная канюля, с помощью которой можно получить тонкую и острую струю жидкости. Используются промывалки для отмывки электродов и других деталей анализаторов, а также и в других целях. Пробки закрываются герметично.

Банки и бутылки для хранения реактивов - круглые, квадратные, прямоугольные, изготовленные из пластика, в своей основе имеют полипропилен. Он устойчив к воздействию высокой температуры и химических веществ. Структура этого материала прочна и достаточно износостойка. При соблюдении всех условий эксплуатации емкости служат в течение очень длительного периода времени.

Бутыли Вульфа представляют собой цилиндры и, так же как и банки, используются для хранения разнообразных жидких реактивов. Внизу бутыль Вульфа снабжена краном, что упрощает переливание находящейся в сосуде, обычно агрессивной жидкости в другую лабораторную посуду.

Бутылки градуированные с широким или узким горлом, изготовленные из пластика идеально подходят для транспортировки различных токсичных образцов. Они могут быть защищены от возможности несанкционированного открытия путем использования специальных петелек на ободке или защитного кольца.

Многочисленны **стаканы лабораторные**, выпускаются двух исполнений: без шкалы и с цветной синей шкалой, например, стаканы ПП с делениями; **мензурки** из полипропилена объемом 500 – 2000 см³; **цилиндры** из полипропилена с **носиком и объемной шкалой** объемом от 100 до 500 см³; а также **колбы** и **пробирки, ванночки** для дозаторов и **воронки** полиэтиленовые диаметром от 6 до 23 см.

Пластиковая посуда может быть как многоразового, так и одноразового использования.

Лабораторная посуда из пластика может быть как прозрачной, так и матовой. Посуда из прозрачного пластика предназначена для таких лабораторных процессов, где требуется наблюдение за содержимым, а также идентификация с другими химическими реактивами. Матовую – непрозрачную – для хранения реагентов, которым недопустимо попадание солнечных лучей.

Учитывая весь спектр преимуществ лабораторной посуды из пластика, все же необходимо отметить ее недостатки:

- она недостаточно термостойка – в ней нельзя нагревать химические вещества, стерилизовать при высокой температуре, ставить на открытый огонь;
- некоторые химические реактивы могут покрасить лабораторную посуду, тем самым нарушить ее прозрачность.

В России такие компании, как ООО «ЭКРОС-АНАЛИТИКА», «Prime Chemicals Group» предлагают высококачественные изделия из пластика.

Посуда из фторопласта

Фторопласты представляют собой фторсодержащие полимеры, относящиеся к группе конструкционных пластиков. К наиболее известным разновидностям этих полимеров относятся:



- фторопласт-4 (политетрафторэтилен $(-C_2F_4-)_n$, торговые марки — Teflon, Hostaflon TF, Fluon G, Algoflon F, Polyflon M);
- фторопласт-3 (политрихлорфторэтилен $(-CF_2-CFCl)_n$, торговые марки — Dyflon, KEL-F, Voltalef, Neoflon CTFE);
- фторопласт-2 (поливинилиденфторид $(CH_2CF_2)_n$, торговые марки — Kynar, Solef, Neoflon VDF);
- фторопласт-40 (сополимер тетрафторэтилена $(CF_2CF_2CH_2CH_2)_n$, торговые марки — Tefzel, Hostaflon ET, Neoflon ETFE).

Тефлон открыт в 1938 году американским химиком Роем Планкеттом, работающим в корпорации Kinetic Chemicals. Ученый обнаружил, что газообразный тетрафторэтилен, закачанный в баллоны под давлением, полимеризовался в порошок, обладающий уникальными свойствами.

Популярность фторопласта-4 обусловлена его техническими характеристиками. Он представляет собой вещество, которое по внешнему виду напоминает полиэтилен или парафин, и характеризуется мягкостью и текучестью. Его плотность составляет 2,18–2,21 г/см³ (ГОСТ 10007–80).

Фторопласт-4 отличается термостойкостью - его гибкость и эластичность сохраняются при температуре (от -70 до +200) °С, а также адгезией, минимальным поверхностным натяжением, устойчивостью к воздействию ультрафиолетовых лучей, влаги, жиров и органических растворителей. Он является физиологически и биологически безопасным. Материал хорошо обрабатывается.

Химические свойства фторопласта - стойкость, даже более высокая, чем у благородных металлов и синтетических материалов, невосприимчивость к воздействию агрессивных кислот и щелочей. Разрушить его можно только трифторидом хлора или расплавами щелочных металлов. 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.

Существует несколько марок данного фторопласта. В маркировке указывается средний размер частиц, например: Ф4ПН-20 или Ф4ПН-90. Размер может быть 100–180, 46–135, 21–45 или 6–20 мкм. Если при производстве Ф4 используются дополнительные вещества, то к маркировке товара добавляется буква «М», то есть модификатор (например, стекловолокно, кокс, кобальт). Вслед за буквой указывается число, которое обозначает количественное отношение добавки к основному соединению.

Изделия из фторопласта-4 (ТУ 95-173-78) изготавливаются методом прессования. Затем они запекаются при температуре 360 – 370 °С. Также возможно производство данного полимера методом экструзии, в ходе которого порошок под высоким давлением подается в экструдер. При выходе полученная масса запекается.

Крупнейший российский производитель фторполимерной продукции - Компания «Первый фторопластовый завод» (г. Кирово-Чепецк Кировской области).

Фторопластовая лабораторная посуда, в отличие от кварцевой, не стареет при нагревании с жиросодержащими материалами и не отличается хрупкостью.

Химическая стойкость позволяет использовать ее для работы с особо чистыми веществами.

Но у лабораторной посуды из фторопласта имеется ряд недостатков: малая теплостойкость в сравнении с кварцевыми или фарфоровыми изделиями, невозможность нагревать ее на открытом огне и непереносимость резкого охлаждения или

нагревания из-за высокого коэффициента термического расширения. Нагревать эту посуду можно на водяных банях и плитках, температура поверхности которых не поднимается выше + 120 (для прозрачной посуды) или +200 °С (непрозрачной). Допускается недолговременный перегрев при условии работы в вытяжном шкафу.

Гарантийный срок хранения посуды - 20 лет со дня изготовления.

Посуда лабораторная прозрачная из фторопласта-4МБ (ТУ 95-337-79) (пробирки, цилиндры, мензурки, колбы мерные, колбы конические Эрленмейера) предназначена для проведения разнообразных лабораторных работ с агрессивными и особо чистыми веществами при температурах не выше +120°С. Посуда выпускается без градуировки. Гарантийный срок хранения посуды - 5 лет со дня выпуска.

4.2 Посуда из стеклоглерида



Стеклоуглерод - изотропный, газонепроницаемый, твердый и прочный материал, сочетающий свойства графита и стекла. Он способен выдерживать многократный и быстрый нагрев с последующим быстрым охлаждением и часто заменяет дорогостоящие металлы:

платину, молибден, титан и др.

Лабораторная посуда из стеклоглерида (ТУ 48-20-117-92) может быть использована для работ на воздухе до +500 °С, а в бескислородной атмосфере - до более высоких температур +2000 °С. Посуду из стеклоглерида в лабораториях рекомендуется использовать в следующих случаях:

- для растворения проб в минеральных кислотах (фтористоводородной, серной, соляной, азотной,

ортофосфорной) и их смесях при нагревании до температур кипения.

- для сплавления анализируемых проб с использованием щелочных, щелочно-окислительных и кислых плавней; бифторида калия, гидроксидов натрия и калия, смесей пероксида и карбоната натрия (в соотношении 3:1, 2:1); пероксида и гидроксида натрия (в соотношении 1:2), пиросульфата калия и натрия и др. при температурах (500-700) °С (продолжительность сплавления до 20 мин.).
- высокотемпературные (температуры плавления свыше 700 °С) плавни (карбонаты калия и натрия, тетраборат натрия, смеси карбоната и тетрабората натрия, калия-натрия карбонат).
- для растворения проб в минеральных кислотах и их смесях с последующим доплавлением остатка при температурах до 700 °С.
- для прокаливания анализируемых проб при температурах до 700 °С.
- для минерализации органических веществ при температурах до 700 °С.
- для прокаливания и сплавления анализируемых проб при температурах до 1000 °С без доступа воздуха (в токе инертного газа) с использованием неокислительных плавней.

В ходе проведения лабораторных работ с использованием посуды из стеклоглерида допускается

- быстрый многократный нагрев и последующее быстрое охлаждение посуды из стеклоглерида в диапазоне температур 15 – 700 °С.
- брать разогретую посуду из стеклоглерида металлическими щипцами-ухватами.
- ставить посуду из стеклоглерида на асбест и другие термостойкие подставки.

В то же время не рекомендуется использовать посуду из стеклоглерида для проведения операций нагревания,

сплавления и прокаливания при температурах выше 700 °С в муфельной печи на воздухе, а также использовать тигли из стеклоглерода для озоления бумажных фильтров в муфельной печи при температуре выше 700 °С.

При работе с посудой из стеклоглерода следует соблюдать основные правила безопасной работы в химической лаборатории.

Полученную с завода посуду необходимо до начала работы протереть для удаления налета углеродной пыли. Метить посуду из стеклоглерода рекомендуется желтым карандашом для стекла. Сплавление производить при обязательном перемешивании плава.

Основным поставщиком посуды из стеклоглерода в России является ООО ТД «УралМеталлГрафит» (г. Челябинск).

У Список литературы

1. ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия. М.: Стандартинформ, 2011. – 11 с.
2. ГОСТ 32539-2013 Стекло и изделия из него. Термины и определения. М.: Стандартинформ, 2014. – 10 с.
3. ГОСТ 33004-2014 Стекло и изделия из него. Характеристики. Термины и определения. Стандартинформ, 2015. – 10 с.
4. ГОСТ 32361-2013 Стекло и изделия из него. Пороки. Термины и определения. М.: Стандартинформ, 2014. – 8 с.
5. ГОСТ 21400-75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний. М.: Стандартинформ, 2011. – 90 с.
6. ГОСТ 32362-2013 Стекло неорганическое и стеклокристаллические материалы. Определение химического состава. Общие требования к методам определения содержания основных химических компонентов. М.: Стандартинформ, 2014. – 8 с.
7. ГОСТ 10978-2014 Стекло и изделия из него. Метод определения температурного коэффициента линейного расширения. М.: Стандартинформ, 2009. – 8 с.
8. ГОСТ 10134.0-82 Стекло и изделия из него. Методы определения химической стойкости. Общие требования. М.: Стандартинформ, 2018. – 8 с.
9. ГОСТ 10134.1-82(2017) Стекло и изделия из него. Методы определения химической стойкости. Методы определения водостойкости при 98⁰С. М.: Стандартинформ, 2016. – 8 с.
10. ГОСТ 10134.2-82 Стекло и изделия из него. Методы определения химической стойкости. Определение кислотостойкости. М.: Стандартинформ, 2018. – 7 с.
11. ГОСТ 19808-86 Стекло медицинское. Марки. М.: Издательство стандартов, 1986. – 9 с.
12. ГОСТ 24315-80 Посуда и декоративные изделия из стекла. Термины и определения видов стекол, способов выработки и декорирования. М.: Изд-во стандартов, 1991. – 8 с.

13. ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры. М.: Стандартинформ, 2009. – 102 с.

ГОСТ 7851 Посуда стеклянная химико-лабораторная. Горловины. Внутренние диаметры. М.: Стандартинформ, 2011. – 2 с.

14. ГОСТ 7995-80 Краны соединительные стеклянные. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2011. – 9 с.

15. ГОСТ 8682-93 Посуда лабораторная стеклянная. Шлифы конические взаимозаменяемые. М.: Стандартинформ, 2011. – 8 с.

16. ГОСТ 29044-91 Посуда лабораторная стеклянная. Принципы устройства и конструирования мерной посуды. М.: Стандартинформ, 2005. – 15 с.

17. ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия М.: Стандартинформ, 2008. – 23 с.

18. ГОСТ 12738-77 Колбы стеклянные с градуированной горловиной. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2011. – 5 с.

19. ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой. М.: Стандартинформ, 2008. – 10 с.

20. ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования. М.: Стандартинформ, 2008. – 12 с.

21. ГОСТ 29228-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть вторая. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания. М.: Стандартинформ, 2008. – 10 с.

22. ГОСТ 29229-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с. М.: Стандартинформ, 2008. – 6 с.

23. ГОСТ 29230-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные. М.: Стандартинформ, 2008. – 4 с.

24. ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования. М.: Стандартинформ, 2008. – 14 с.

25. ГОСТ 29252-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания. М.: Стандартиформ, 2008. – 6 с.
26. ГОСТ 29253-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с. М.: Стандартиформ, 2008. – 3 с.
27. ГОСТ 8.234-2013 ГСИ. Меры вместимости стеклянные. Методы и средства поверки. М.: Стандартиформ, 2014. – 13 с.
28. ГОСТ 19908-90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия. М.: Стандартиформ, 2011. – 14 с.
29. ГОСТ 4.321-85 Система показателей качества продукции. Посуда и оборудование лабораторные из кварца и фарфора. Номенклатура показателей. М.: Стандартиформ, 2009. – 4 с.
30. ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2011. – 20 с.
31. ГОСТ 29225-91 Посуда и оборудование фарфоровые лабораторные. Общие требования и методы испытаний. М.: Стандартиформ, 2011. – 6 с.
32. ГОСТ 3282 Проволока стальная низкоуглеродистая общего назначения. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2007. – 10 с.
33. ГОСТ 9.306-85 Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Обозначения. М.: ИПК Изд-во стандартов, 1997. – 17 с.
34. ГОСТ 6042-83 Резьба Эдисона круглая. Профили, размеры и предельные размеры. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2003. – 2 с.
35. ГОСТ 1779-83 Шнуры асбестовые. Технические условия. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2003. – 6 с.
36. ГОСТ 15527-2003 Сплавы медно-цинковые (латуни), обрабатываемые давлением. Марки. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2004. – 7 с.
37. ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2006. – 11 с.

38. ГОСТ 3826-82 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2003. – 8 с.

39. ТУ 14-4-507-99 Сетка тканая с квадратными ячейками микронных размеров. Технические условия. – 3 с.

40. ТУ 14-4-137-73 Проволока стальная низкоуглеродистая спецпрофиля. Технические условия. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2003. – 8 с. – 4 с.

41. ГОСТ 4403-91 Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические условия. М.: ИПК Изд-во стандартов, 1993. – 20 с.

42. ГОСТ Р 51568-99 Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2000. – 8 с.

43. ГОСТ 6563-75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия. М.: ИПК Изд-во стандартов, 1987. – 79 с.

44. ГОСТ 10007-80 Фторопласт-4. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2008. – 15 с.

45. <http://wiki-numbers.ru>

46. <http://www.mentor-lab.ru/page12.shtml>

47. http://www.yondi.ru/ihner_c_article_id_604.phtml

48. <http://medbuy.ru/articles/vidy-laboratornoj-posudy>

49. <http://pozitron-s.ru/catalog/66/86>

Приложения

Приложение 1

**Обозначение посуды и оборудования
в соответствии с требованиями
ГОСТ 25336; 29251; 29252; 29227- 29230; 1770; 9147**

По ГОСТ 25336 к лабораторной *посуде* относятся: стаканы, стаканчики для взвешивания, колбы, колбы Фаворского, колбы с тубусом, пробирки, чашки, сосуды. К *оборудованию* относят: соединительные элементы и трубки, воронки, фильтры, капельницы, спиртовки, склянки с тубусом, насос водоструйный, эксикаторы, насадки, холодильники, дефлегматоры, каплеуловители, склянки для промывания газов, приборы для поглощения газов и паров воды, аппараты для получения газов.

Примеры условных обозначений лабораторной посуды.

1 Стакан типа В исполнения 1, номинальной вместимостью 250 см³, из термически стойкого стекла группы ТС:

Стакан В-1 - 250 ТС ГОСТ 25336

Стакан типа Н исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см³, из термически и химически стойкого стекла группы ТХС:

Стакан Н-2 - 100 ТХС ГОСТ 25336

Стакан N 3 номинальной вместимостью 150 см³:

Стакан 3 ГОСТ 9147-80

2 Стаканчик для взвешивания типа СВ с взаимозаменяемым конусом 14/8:

Стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336-82

3 Колбы типа К исполнения 1, номинальной вместимостью 250 см³, с взаимозаменяемым конусом 29/32, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба К-1 - 250-29/32 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа К исполнения 2, номинальной вместимостью 250 см³, без взаимозаменяемого конуса, с диаметром горловины 34 мм, из термически и химически стойкого стекла группы ТХС:

Колба К-2 - 250-34 ТХС ГОСТ 25336

Колбы типа П исполнения 1, номинальной вместимостью 250 см³, с взаимозаменяемым конусом 29/32, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба П-1 - 250-29/32 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа П исполнения 2, номинальной вместимостью 250 см³, без взаимозаменяемого конуса, с диаметром горловины 34 мм, из термически и химически стойкого стекла группы ТХС:

Колба П-2 - 250-34 ТХС ГОСТ 25336

Колбы типа КГУ-2 исполнения 1, номинальной вместимостью 100 см, с взаимозаменяемым конусом и конусом центральной горловины 14/23, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба КГУ-2 - 1-100-14/23 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа КГУ-3 исполнения 2, номинальной вместимостью 250 см, без взаимозаменяемого конуса, с диаметром центральной горловины 34 мм, из термически и химически стойкого стекла группы ТХС:

Колба КГУ-3 - 2-250-34 ТХС ГОСТ 25336

Колбы типа КПП-3 исполнения 1, номинальной вместимостью 250 см³, с взаимозаменяемыми конусами и конусом центральной горловины 29/32, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба КПП-3 - 1-250-29/32 ТС ГОСТ 25336

То же, колбы типа КПП-3 исполнения 2, номинальной вместимостью 250 см³, без взаимозаменяемых конусов и диаметром центральной горловины 34 мм, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба КПП-3 - 2-250-34 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа КГП-4, номинальной вместимостью 250 см³, с взаимозаменяемыми конусами и конусом центральной горловины 29/32, из термически и химически стойкого стекла группы ТХС:

Колба КГП-4-250-29/32 ТХС ГОСТ 25336

Колбы типа Кн исполнения 1, номинальной вместимостью 100 см³, с взаимозаменяемым конусом 14/23, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба Кн-1-100-14/23 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа Кн исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см³, без взаимозаменяемого конуса, диаметром центральной горловины 18 мм, из термически и химически стойкого стекла группы ТХС:

Колба Кн-2-100-18 ТХС ГОСТ 25336

Колбы типа Гр номинальной вместимостью 50 см³, с взаимозаменяемым конусом 14/23, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба Гр-50 - 14/23 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа Къельдаля исполнения 1, номинальной вместимостью 250 см³, с взаимозаменяемым конусом 29/32, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба Къельдаля 1-250-29/32 ТС ГОСТ 25336

Колбы Къельдаля исполнения 2, номинальной вместимостью 250 см³, без взаимозаменяемого конуса, с внутренним диаметром горловины 29 мм, из термически и химически стойкого стекла группы ТХС:

Колба Къельдаля 2-250-29 ТХС ГОСТ 24336

Колбы типа О, номинальной вместимостью 50 см³, с взаимозаменяемым конусом 14/23, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба О-50-14/23 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа ОГ-2 номинальной вместимостью 100 см³, с взаимозаменяемыми конусами и конусом центральной горловины 14/23, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба ОГ-2-100-14/23 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа ОГ-3 исполнения 1, номинальной вместимостью 100 см³, с взаимозаменяемыми конусами и конусом центральной горловины 14/23, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба ОГ-3-1-100-14/23 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа ОГ-3 исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см³, без взаимозаменяемых конусов с наибольшим внутренним диаметром центральной горловины 14 мм, из термически и химически стойкого стекла группы ТХС:

Колба ОГ-3-2-100-14 ТХС ГОСТ 25336

Колбы типа КП исполнения 1, номинальной вместимостью 100 см³, с взаимозаменяемым конусом 29/32, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба КП-1-100-29/32 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа КП исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см³, без взаимозаменяемого конуса с наибольшим внутренним диаметром горловины 29 мм, из термически и химически стойкого стекла группы ТХС:

Колба КП-2-100-29 ТХС ГОСТ 25336

Колбы типа ОП, номинальной вместимостью 100 см³, с взаимозаменяемыми конусами горловин 14/23, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба ОП-100-14/23 ТС ГОСТ 25336

Колбы типа КРН, номинальной вместимостью 250 см³, из термически стойкого стекла группы ТС:

Колба КРН-250 ТС ГОСТ 25336

Колбы Фаворского номинальной вместимостью 250 см³:

Колба Фаворского 250 ГОСТ 25336

Колбы с тубусом исполнения 1, номинальной вместимостью 250 см³:

Колба 1-250 ГОСТ 25336

Колбы с тубусом исполнения 2, номинальной вместимостью 500 см³, с взаимозаменяемым конусом 29/32:

Колба 2-500-29/32 ГОСТ 25336

4 Пробирки типа П1 диаметром 16 мм, высотой 150 мм, из химически стойкого стекла группы ХС:

Пробирка П1-16-150 ХС ГОСТ 25336

Пробирки типа П2 диаметром 10 мм, высотой 90 мм, из химически стойкого стекла группы ХС:

Пробирка П2-10-90 ХС ГОСТ 25336

Пробирки типа П2Т номинальной вместимостью 10 см³, из термически стойкого стекла ТС:

Пробирка П2Т-10 ТС ГОСТ 25336

Пробирки типа П40, с взаимозаменяемым конусом 14/23, диаметром 17 мм, высотой 80 мм, из химически стойкого стекла группы ХС:

Пробирка П40-17-80-14/23 ХС ГОСТ 25336

Пробирки типа П1, вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,1 см³ из химически стойкого стекла:

Пробирка П-1-10-0,1 ХС ГОСТ 1770-74

Пробирки типа П2 номинальной вместимостью 15 см³ с взаимозаменяемым конусом 14/23 из химически стойкого стекла:

Пробирка П-2-15-14/23 ХС ГОСТ 1770-74

5 Чашки типа ЧКЦ, исполнения 1, номинальной вместимостью 1000 см³:

Чашка ЧКЦ-1-1000 ГОСТ 25336

Чашки типа ЧВП, исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см³:

Чашка ЧВП-2-100 ГОСТ 25336

Чашки типа ЧВК, исполнения 1, номинальной вместимостью 1000 см³:

Чашка ЧВК-1-1000 ГОСТ 25336

Чашки типа ЧБВ, номинальным диаметром 100 мм³:

Чашка ЧБВ-100 ГОСТ 25336

Чашки типа ЧБН, исполнения 1, номинальным диаметром 40 мм:

Чашка ЧБН-1-40 ГОСТ 25336

Чашки типа ЧБН, исполнения 2:

Чашка ЧБН-2 ГОСТ 25336

Чашки выпарительные N 3 номинальной вместимостью 100 см³:

Чашка выпарительная 3 ГОСТ 9147-80

6 Сосуды типа СЦ, номинальной вместимостью 0,5 дм³:

Сосуд СЦ-0,5 ГОСТ 25336

Сосуды типа СП номинальной вместимостью 1,5 дм³:

Сосуд СП-1,5 ГОСТ 25336

7 Кюветы типа КП:

Кювета КП ГОСТ 25336

8 Цилиндры исполнения 2, вместимостью 100 см³, 1-го класса точности:

Цилиндр 2-100-1 ГОСТ 1770-74

Цилиндры исполнения 4, вместимостью 100 см³, 2-го класса точности:

Цилиндр 4-100-2 ГОСТ 1770-74

9 Мензурки вместимостью 100 см³:

Мензурка 100 ГОСТ 1770-74

10 Колбы исполнения 2, вместимостью 100 см³, 2-го класса точности:

Колба 2-100-2 ГОСТ 1770-74

Колбы исполнения 4, вместимостью 100 см³, 2-го класса точности:

Колба 4-100-2 ГОСТ 1770-74

Колбы исполнения 1, вместимостью 50 см³, 2-го класса точности:

Колба 1-50-2 ГОСТ 1770-74

11 Бюретки типа I, исполнения 1, 2-го класса точности, вместимостью 25 см³, с ценой деления 0,1 см³:

Бюретка I-1-2-25-0,1 ГОСТ 29251-91

Бюретки типа I, исполнения 2, 2-го класса точности, вместимостью 25 см³, с ценой деления 0,1 см³:

Бюретка I-2-2-25-0,1 ГОСТ 29251-91

Бюретки типа I, исполнения 3, 2-го класса точности, вместимостью 25 см³, с ценой деления 0,1 см³:

Бюретка I-3-2-25-0,1 ГОСТ 29251-91

Бюретки типа I, исполнения 4, 1-го класса точности, вместимостью 50 см³:

Бюретка I-4-1-50 ГОСТ 29251-91

Бюретки типа I, исполнения 5, 2-го класса точности, вместимостью 50 см³:

Бюретка I-5-2-50 ГОСТ 29251-91

12 Пипетки типа 1, исполнения 2, 1-го класса, вместимостью 5 см³:

Пипетка 1-2-1-5 ГОСТ 29227-91

13 Кастрюли N 2 номинальной вместимостью 250 см³:

Кастрюля 2 ГОСТ 9147-80

14 Тигля низкого N 3 наибольшим наружным диаметром 35 мм:

Тигель низкий 3 ГОСТ 9147-80

Тигля высокого N 3 наибольшим наружным диаметром 35 мм:

Тигель высокий 3 ГОСТ 9147-80

Тигля Гуча N 2 наибольшим наружным диаметром 35 мм:
Тигель Гуча 2 ГОСТ 9147-80

Тигля Розе N 1 с крышкой и трубкой наибольшим наружным диаметром 30 мм:
Тигель Розе 1 ГОСТ 9147-80

15 Крышки N 2 к тиглю внутренним диаметром 27 мм исполнения 1:
Крышка к тиглю 2-1 ГОСТ 9147-80

16 Кружки N 2 номинальной вместимостью 500 см³:
Кружка 2 ГОСТ 9147-80

17 Воронки Бюхнера N 3 наружным диаметром 100 мм:
Воронка Бюхнера 3 ГОСТ 9147-80

18 Ступки N 2 наибольшим наружным диаметром 70 мм:
Ступка 2 ГОСТ 9147-80

19 Пестика N 1 высотой 90 мм:
Пестик 1 ГОСТ 9147-80

20 Ложки N 2 длиной 150 мм:
Ложка 2 ГОСТ 9147-80

21 Шпателя N 3 длиной 200 мм:
Шпатель 3 ГОСТ 9147-80

22 Вставки для эксикатора исполнения 2 диаметром 88 мм:
Вставка для эксикатора 2-88 ГОСТ 9147-80

23 Лодочки N 2 длиной 50 мм для определения зольности:
Лодочка ЛЗ 2 ГОСТ 9147-80

Лодочки N 2 длиной 85 мм для сжигания:
Лодочка ЛС 2 ГОСТ 9147-80

ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ ОБ ОБОРУДОВАНИИ И МЕТОДАХ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ОРГАНИЧЕСКИХ СИНТЕЗОВ, РАЗДЕЛЕНИИ И ОЧИСТКЕ ВЕЩЕСТВ

Химическая посуда

В лаборатории органической химии большинство химических реакций и операций по разделению и очистке веществ проводится в стеклянных приборах и посуде. Наиболее часто используют стеклянную посуду, перечисленную ниже.

Стаканы применяют как вспомогательную посуду при работе только с водными растворами. Нагрев или проведение процессов, сопровождающихся разогреванием, можно проводить только в тонкостенных стеклянных или фарфоровых стаканах.

Конические колбы (колбы Эрленмейера) – используют при работе с органическими растворами. Колбы плоскодонные применяют обычно для хранения химических веществ и растворов, их нельзя применять для работы под вакуумом.

Колбы для работы с вакуумом (колбы Бунзена) – изготавливают толстостенными и применяют только для фильтрования растворов под вакуумом водоструйного насоса.

Воронки Бюхнера (фарфоровые) применяют с бумажным фильтром для отделения твердых веществ от растворов фильтрованием в вакууме.

Фильтры Шотта - стеклянные цилиндрические воронки с впаянными пористыми пластинами. Используют для фильтрования сильноокислых растворов.

Капельные воронки служат для постепенного прибавления жидкости в процессе реакции. Делительные

воронки служат для разделения несмешивающихся жидкостей и для экстракции.

Колбы круглодонные применяют для нагревания веществ при повышенной температуре и работ под вакуумом.

Колбы двух-, трех- и четырехгорлые применяют при проведении операций и синтезов, в том числе и при нагревании, когда необходимо одновременно производить перемешивание, измерение температуры реакционной массы, постепенное прибавление каких-либо веществ в ходе реакции и т.п.

Колбы Вюрца применяют для перегонки жидкостей при атмосферном давлении.

Колбы Кляйзена применяют для перегонки жидкостей в вакууме. Перегонные колбы с дефлегматором применяют для более эффективного разделения жидкостей с близкими температурами кипения (дефлегматор работает на основе принципа ректификации).

Прямой холодильник (холодильник Либиха) применяют для перегонки низкокипящих жидкостей (т. кип. ниже 150°C).

Воздушный холодильник – используют при перегонке высококипящих жидкостей (т. кип. выше 150°C).

Обратный шариковый холодильник используют при кипячении, длительном нагревании жидкостей, а также при любом нагревании низкокипящих жидкостей (т.кип. ниже 150°C).

Хлоркальциевые трубки применяют с влагопоглощающим наполнителем (обычно прокаленный хлористый кальций) для предотвращения взаимодействия содержимого колбы с атмосферной влагой.

Алонжи применяют для соединения наклонного холодильника с приемником.

Пауки применяют при фракционной вакуумной перегонке жидкостей.

Форитоссы (двурогие, трехрогие) применяют для увеличения числа вводов в реакционную колбу.

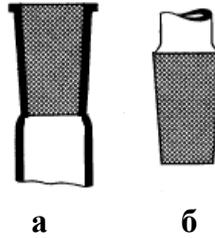
Насадки Вюрца, Кляйзена, дефлегматоры, присоединенные к круглодонным колбам, позволяют использовать последние в качестве колб Вюрца, Кляйзена или колб для фракционной перегонки.

Основные правила сборки приборов из стеклянной посуды и работы с ними

Конструкция лабораторных установок определяется условиями проведения реакции, свойствами исходных и конечных продуктов. Отдельные части лабораторных установок соединяют при помощи шлифов или резиновых пробок и шлангов.

Под словом «шлиф» понимают равномерно отшлифованную поверхность. Две притертые друг к другу отшлифованные поверхности представляют собой «соединение на шлифах». Использование шлифов позволяет собирать приборы с большей герметичностью.

Существует несколько основных типов шлифованных соединений, отличающихся по форме (конические, сферические, цилиндрические). Наиболее распространенными являются конические шлифы (рис. ...). Шлифы обозначаются по диаметру нижнего основания, причем в обозначении указывается, только его целочисленная часть. Так, если говорят о «14-ом шлифе», подразумевают «шлифованное соединение с диаметром основания (меньшим диаметром) 14,5 мм». Шлифованный снаружи конус носит название «кern», а соответствующая ему шлифованная изнутри коническая трубка – «муфта». Наиболее часто используются шлифованные соединения с диаметрами 10; 14,5; 19 и 29 мм.



Нормальный конусный шлиф: а – муфта; б – kern.

Соединение стеклянных деталей осуществляется также при помощи резиновых пробок, резиновых шлангов, а также с помощью шлифов (при наличии посуды со шлифами). Детали установки монтируют на штативах и стендах с помощью лапок, зажимов, колец.

Соединение деталей всегда должно быть плотным и исключаящим подтекание жидкостей или газов (при работе в вакууме) в местах соединений.

Резиновые пробки и шланги разрушаются под действием сильных кислот и галогенов, набухают при контакте с органическими растворителями, а органические вещества извлекают из пробок растворимые соединения и загрязняются ими. Необходимо производить соединение таким образом, чтобы исключить непосредственный контакт жидкостей с местом соединения. При соединении на пробках конец входящей в пробку детали должен выступать из пробки на 20-25 мм, чтобы стекающая жидкость не касалась пробки. (иногда пробку может заменить короткий отрезок гладкой резиновой трубки соответствующего диаметра).

Сильнощелочные растворы быстро разъедают стекло, особенно развитую поверхность шлифа, и шлифованные соединения плотно соединяются друг с другом. Для разъединения такого соединения нужно осторожно постучать по диаметру шлифа, смочить шлиф растворителем и, осторожно раскачивая kern шлифа, разъединить его.

При соединении с помощью пробок вначале вставляют трубку в отверстие пробки вращательными движениями,

предварительно смазав внутреннюю часть пробки и трубку глицерином, а затем вставляют пробку с трубкой в отверстие другой детали, также применяя вращательные движения. Вставляя трубку в пробку или шланг, необходимо держать ее пальцами как можно ближе к тому месту, которое вставляется, иначе можно сломать трубку. Гораздо легче надевается шланг, предварительно выдержанный некоторое время в толуоле или кипящей воде.

При сборке прибора на пробках для работы в вакууме пробку смазывают в центральной части небольшим количеством вазелина или вакуумной смазки, вращением добиваясь образования сплошного кольца смазки по месту соединения пробки с внутренней поверхностью отверстия.

При работе при атмосферном давлении с соединениями на пробках нельзя употреблять смазку, т. к. пробка будет выскальзывать из отверстия.

Перед сборкой приборов на шлифах, как при работе в вакууме, так и при атмосферном давлении, шлифы смазывают смазкой, которую наносят узким кольцом на центральную часть керн. Соединив керн с муфтой, легким вращением равномерно распределяют смазку до образования прозрачного кольца.

Выбор установки (прибора) для синтеза определяется, в первую очередь, задачей, стоящей перед экспериментатором, условиями проведения реакции, а также свойствами исходных и конечных продуктов.

Сборка установки должна проводиться с большой тщательностью и аккуратностью, так как это является непременным условием успешной и безопасной работы. Собранные установки должны быть не только грамотными конструкционно, но и иметь привлекательный вид.

В зависимости от назначения той или иной установки она может комплектоваться из различного оборудования. Отдельные части установки необходимо соединять друг с

другом осторожно, подбирая пробки, трубки и другие детали еще до закрепления прибора на штативе.

Посуду подбирают такого размера, чтобы реакционная масса занимала не более половины объема (или не более $2/3$ объема). После того как подобраны отдельные части установки, их закрепляют в лапках штатива.

При сборке прибора необходимо следить за тем, чтобы не возникали напряжения и деформации, которые могут привести к поломкам. Поэтому приборы обычно не крепят жестко, а затягивают лапки так, чтобы колба поворачивалась в зажиме, не выпадая из него.

Установку всегда собирают, начиная с ее предполагаемого «верха» или с основного блока.

Например, при сборке установки для простой перегонки следует вначале закрепить на штативе колбу Вюрца или круглодонную колбу с насадкой Вюрца, затем к ней присоединить нисходящий (прямой) холодильник, закрепленный на отдельном штативе, потом аллонж и, наконец, подвести под него приемник. Вся установка должна быть собрана в одной плоскости или по одной линии, без перекосов или напряжения стеклянных частей прибора.

Данное условие особенно важно при работе со стандартными шлифами. Шлифы должны крепиться друг к другу без особых усилий со стороны экспериментатора, в противном случае, можно сломать весь прибор. Подобная неаккуратность может привести к несчастному случаю. В то же время нужно следить, чтобы при соединении отдельных частей прибора выполнялись условия герметичности.

Комплектование приборов из различных деталей позволяет проводить синтез без дополнительных операций по переносу реакционной массы из одной колбы в другую на протяжении всего времени реакции.

Для проведения синтеза, в котором необходимо проводить постепенное добавление исходного вещества и

отгонку одного из компонентов реакции, установка состоит из круглодонной колбы, капельной воронки, и нисходящего холодильника (Либиха) (см. рис.).

Некоторые общие требования к приборам и правила работы с ними

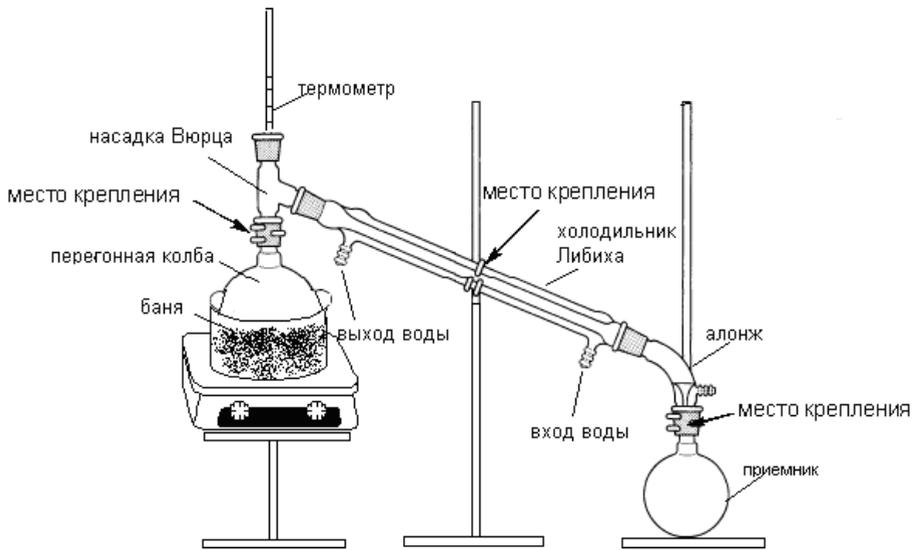
Перед сборкой прибора проверьте целостность используемой стеклянной посуды. Запрещается пользоваться посудой с отбитыми краями, трещинами и т. п.

Перед сборкой прибора, а также после его сборки, подумайте, позволяет ли конструкция прибора, расположение деталей осуществлять все необходимые в ходе работы операции (прибавление реактивов, измерение и регулирование температуры реакционной массы, смену приемников и т.п.).

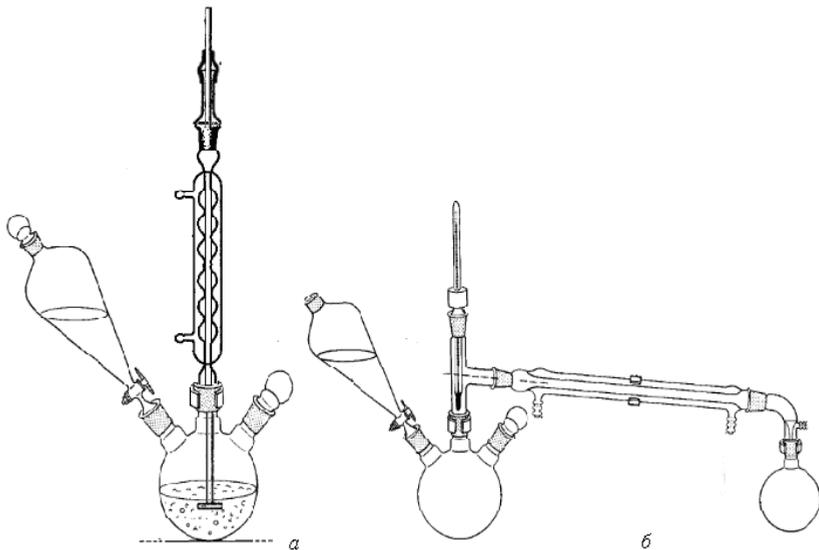
Загружать вещество в прибор разрешается только после его полной сборки. Во всех случаях нельзя заполнять колбы более чем на $2/3$ их объема. При работе при атмосферном давлении любой прибор обязательно должен иметь сообщение с атмосферой.

Холодильник подключают таким образом, чтобы перемещение воды в рубашке было противоположно направлению движения конденсируемой жидкости.

Разборку прибора производят в порядке, противоположном сборке.



Правильное закрепление приборов на штативах.
Установка для простой перегонки.



Различные виды лабораторных установок:
а – трехгорлая колба с капельной воронкой, обратным
холодильником и механической мешалкой;
б – трехгорлая колба с капельной воронкой и прямым
холодильником

Шланги, которые не удается легко снять при разборке прибора, лучше срезать, так как при снятии прилипшего к стеклу шланга можно сломать стекло и поранить руки.

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. Стеклянная посуда считается чистой, если на ее стенках не образуется отдельных капель, и вода при сливе оставляет равномерную тончайшую пленку.

Если посуда не загрязнена смолой, жировыми и другими, не растворяющимися в воде веществами, посуду 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 часа 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 чего смесь сливают, стараясь смочить оставшуюся часть посуды у края. Посуду оставляют стоять несколько минут, затем моют теплой водой и ополаскивают дистиллированной. Хромовая смесь служит долго, изменение ее цвета из темно-оранжевого в темно-зеленый служит признаком ее непригодности для дальнейшего мытья посуды. Хромовая смесь химически опасна, поэтому работать с ней надо очень осторожно.

Хорошим средством для мытья посуды является 4% *раствор марганцевокислого калия*, слегка подкисленный серной кислотой и подогретый. Раствор повторно не используется. Для удаления бурого налета посуду споласкивают 5% раствором кислого сернокислого натрия.

Для мытья посуды применяют *смесь Комаровского*, состоящую из равных объемов бн. раствора соляной кислоты и 5-6% раствора перекиси водорода. Смесь эффективна,

особенно при подогреве, и не выщелачивает стекло. Смесь 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.

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 нужно проводить в 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 вакуум-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. Мерную посуду нагревать на пламени нельзя.

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

Техника охлаждения

В лабораторной практике широко применяется процесс охлаждения. Например, охлаждение необходимо при конденсации паров. Для этих целей используются разнообразные холодильники (см. раздел 2.2.2, стр. 50 - 52), 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, и вся смесь хорошо перемешана.

Чтобы по возможности 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, вата.

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 минус $195,8^{\circ}\text{C}$), который хранят в сосудах Дьюара 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 прекратиться. 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 минус 90°С. 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°С), водные растворы солей (до -40°С), полидиметилфенилсилоксан (до -50°С), полидиметилсилоксан (до -90°С).

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 dilatометрические 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 2-х типов: массивные (палочные) и трубчатые с впаянной шкалой молочного стекла. Последние более точны. Диапазон измерения ртутными термометрами ограничен температурой замерзания ртути (минус 39°C) и температурой кипения ртути (357°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°C с разбивкой шкалы на диапазоны по 4°C ($0-4$, $12-16$, $16-$

20,...56-60). Может использоваться в качестве образцового термометра. Цена деления $-0,01$ °С.

Для измерения температуры выше 360 °С 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 °С.

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 $(-30)\dots +250$ °С с разбивкой шкалы $(-30)+70$ °С, $0-100$ °С, $0-150$ °С, $0-200$ °С, $0-250$ °С, цена деления 1 °С, длина от 250 мм до 320 мм.

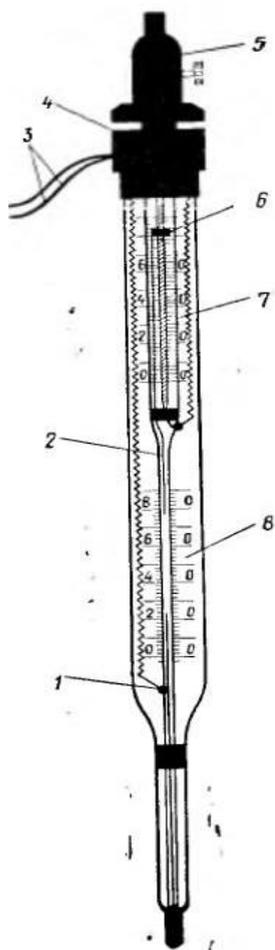
Термометры ТЛ-4 имеют цену деления $0,1$ или $0,2$ °С и предназначены для измерения температур в диапазоне от -30 до $+155$ °С, длина термометров 530 ± 30 мм.

Существуют специальные метастатические термометры Бекмана, предназначенные для высокоточного измерения изменения температуры в течение опыта в узком пределе температур ($2-5$ °С). 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 °С) в диапазоне температур $-20\dots +150$ °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, величина которой 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 рисунке показан контактный термометр для автоматического регулирования температуры. Термометр имеет: неподвижный контакт 1, который соприкасается с ртутью в капилляре;

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 8 устроена

как у обычных термометров. Изолированные медные провода 3 соединены с исполнительным механизмом, включающим при разрыве или выключающим при соединении электрической цепи источник нагрева.

Материалы для фильтрации

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

Фильтровальная бумага - продукт щелочной или кислотной, переработки коротковолокнистой целлюлозы. Она гигроскопична и в воздушно-сухом состоянии содержит (5-6)% воды. Фильтровальная бумага поступает в продажу в виде листов и кружков различного диаметра. Качество бумаги определяют количеством золы, остающейся после ее сжигания, и пористостью. На каждой пачке круглых фильтров указывают массу золы. Фильтр считают беззольным, если после его сжигания масса золы не превышает $7 \cdot 10^{-5}$ г.

Плотность (пористость) фильтровальной бумаги каждая фирма обозначает своими знаками. В частности, черной или розовой лентой на пачке круглых фильтров большинство фирм отмечает крупную пористость бумаги со средним размером пор порядка 3,5 – 4,0 мкм. Белой лентой обозначают бумагу средней пористости (3,0 – 3,5 мкм), а синей - мелкопористую (1,0 – 1,1 мкм), предназначенную для фильтрации мелкозернистых осадков. Проницаемость такого фильтра для воды составляет $0,001 \text{ см}^3/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$ при давлении 10 мм вод. ст.

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

Выпускают также бумажные фильтры, пропитанные кремнийорганическими соединениями для быстрого и полного отделения водных растворов от органических растворителей в случае их несмешиваемости. Производится и черная фильтровальная бумага, содержащая активированный уголь между волокнами целлюлозы. Такой фильтр позволяет совмещать процессы фильтрации и сорбции.

Бумажная масса. Бумажную массу применяют для фильтрования студенистых и слизистых осадков.

Она помогает превращению таких осадков после прокаливании в тонко разрыхленное состояние, а не в сплошной комок. Массу прибавляют к осадку после его образования и тщательно с ним перемешивают, а затем отфильтровывают, используя необходимые фильтры.

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

Стеклянные фильтры - это пластинки из размельченного и затем спеченного стекла разного состава. Стеклянные фильтры различаются по пористости и толщине (см. выше).

Новые стеклянные фильтры перед применением следует для удаления загрязнений и частичек пыли промыть под вакуумом с нагретой хлороводородной кислотой, а затем чистой водой.

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

концентрированные растворы последних разрушают стеклянные фильтры.

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

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

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

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

Ткань из **стекловолокна** и **стеклянная вата** менее химически устойчивы, чем стеклянные или фарфоровые фильтры, так как их готовят из боросиликатного стекла. Ткань и вату из стекла применяют только для технических работ.

Асбестовое волокно используют преимущественно в тиглях Гуча. Предварительно асбест прокаливают в фарфоровых чашках и после охлаждения нагревают с концентрированной хлороводородной кислотой на водяной бане. Затем асбестовое волокно промывают нагретой чистой водой на фильтре в воронке Бюхнера под вакуумом до полного удаления из асбеста хлорид-ионов (проба с AgNO_3). Подготовленный асбест хранят в склянке с притертой

пробкой. Для аналитических целей применяют амфиболовый асбест, который после обработки хлороводородной кислотой нагревают 1-2 ч с разбавленной (1:2) азотной кислотой и промывают затем чистой водой.

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

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

Полиамидные ткани (капрон, нейлон, анид) также устойчивы к действию водных растворов щелочей при температурах, близких к 100 °С, и выдерживают воздействие разбавленных кислот при обычных температурах.

Бумага из нейлона-44 (поли-м-фениленизофталамида) выдерживает нагревание до 250 °С без изменения прочности и не растворяется в органических растворителях.

Поливинилхлоридные ткани (хлорин) обладают высокой устойчивостью в кислых средах и минеральных маслах, такие ткани избегают микроорганизмы. Окислители и концентрированные водные растворы щелочей разрушают полимер. Нагревание ткани выдерживают только до 60 °С.

Полипропиленовые ткани достаточно устойчивы к действию кислот, оснований и сильных окислителей, а по механической прочности близки к лавсановым тканям (см. ниже). Они растворяются в бензине, ксилоле и тетрахлорэтаноле, а выше 110 °С быстро теряют свою прочность.

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

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

Совиденовые (сарановые) ткани устойчивы к действию кислот и оснований, но выдерживают нагревание только до 75 °С. Со-виден - сополимер винилхлорида и винилиденхлорида.

Фильтры Петрянова. Для удаления из воздуха и газов высокодисперсных аэрозолей с размером частиц менее 1 мкм применяют волокнистые фильтры с очень тонкими волокнами диаметром от 1,5 до 7,0 мкм, получившие название фильтров Петрянова (тип ФП). (Петрянов-Соколов Игорь Васильевич (р. 1907) - русский физикохимик, академик РАН, занимающийся исследованием аэродинамических систем). Фильтры Петрянова следует применять только в том случае, когда концентрация аэрозоля не превышает 0,5-1,0 мг/м³.

Фильтр Петрянова представляет собой равномерные слои тонких полимерных волокон, наложенные на марлю, бязь или на основу из более толстых полимерных волокон. Из перхлорвинила и фторполимеров получают фильтры, стойкие в среде сильных кислот и водных растворах щелочей. Фильтры из полиакрилонитрила противостоят действию многих органических растворителей, а фильтры из полиакрилата марки ФПАР-15-1,5 выдерживают температуры до 270 °С.

Фильтрам Петрянова можно придать высокие и стойкие в течение 5 лет электростатические заряды, повышающие фильтрующие свойства волокон при малых скоростях фильтрации.

Температурный интервал применимости фильтров' из перхлорвинила от -250 до +60 °С.

Максимальное накопление аэрозоля на фильтре не должно превышать 50-100 г/м², при этом увеличение сопротивления фильтра будет не более 5-10 мм вод. ст. при скорости потока газа через фильтр 1 м/с.

Перед фильтрами типа ФП для грубой очистки газов ставят тканевые фильтры. При эксплуатации фильтров типа ФП следует избегать попадания на них жидкой фазы, приводящей фильтры в негодность.

Фильтры из волокнистопористого фторопласта (зайтекс в США; флюорокс в Англии) пригодны для работ практически со всеми реагентами при температурах до 300 °С. Максимальный размер пор в таких фильтрах не превышает 10⁻³ мм. Фильтры не разбухают и не деформируются.

Такие фильтры способны задерживать мелкодисперсные осадки, поэтому их применяют для фильтрации гелей и высокотемпературных растворов щелочей и сильных кислот, лекарственных препаратов. На фторопластовых фильтрах не развиваются грибки и бактерии, их можно стерилизовать, причем неоднократно. Они не имеют запаха и не воспринимают его. При вакуум-фильтровании фторопластовый фильтр хорошо прилегает к любой подложке.

Фильтры из пористого полиэтилена. Фильтры из этого полимерного материала можно легко получить в любой лаборатории в нужной для фильтрования форме. В частности, для получения пластинки полиэтиленовый порошок смешивают с хлоридом натрия в соотношении 1:4 по массе, и смесь помещают между двумя чашками Петри, как это показано на рисунке а). Слой смеси между чашками 2 должен иметь толщину 1-2 мм. В таком виде чашки с порошком выдерживают в сушильном шкафу при 130-150 °С. После охлаждения спекшуюся массу промывают теплой водой для удаления NaCl. Аналогичным образом изготавливают и воронки из пористого полиэтилена. В качестве форм применяют две стеклянные воронки - рисунок б).

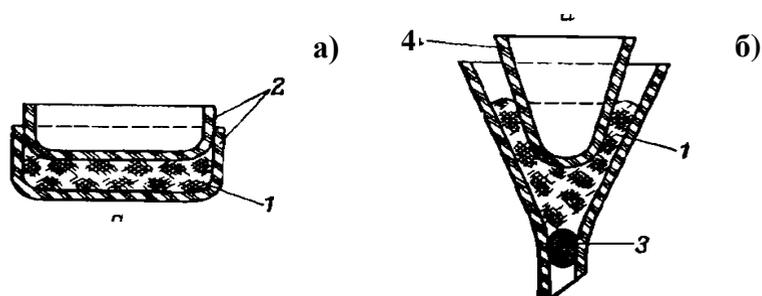


Рис. Приготовление пластинки (а) и воронки (б)
из пористого полиэтилена:

1 - смесь порошка полиэтилена с хлоридом натрия;
2 - чашка Петри; 3 - пробка; 4- воронка с заплавленным дном

Фильтры из пористого углерода можно применять в нейтральной и восстановительной атмосфере при температуре до 2500 °С. Пористый графит незаменим для фильтрования расплавленной серы, диоксида серы, муравьиной и уксусной кислот.

Керамические фильтры готовят из измельченного кварца SiO₂, смешанного с тонкодисперсным силикатным стеклом и затем спеченного. Такие фильтры устойчивы к воздействию концентрированных неорганических кислот, кроме фтороводородной, но разрушаются уже в разбавленных водных растворах щелочей.

Металлокерамические фильтры - фильтры из спеченных порошкообразных металлов (Ti, Ni, Ag и др.) и карбидов титана и циркония. Размер пор у таких фильтров колеблется от 110 Å до 7,5-10~2 мм, а пористость достигает 50%. Химическая устойчивость определяется металлом, из которого изготовлен фильтр.

Фильтры из зубчатой платины - уникальные фильтры для быстрого фильтрования самых тончайших осадков. Платиновый фильтр служит долго, так как осадок можно удалить с него любым реагентом, не разрушающим платину.

Для получения фильтрующего слоя непосредственно в тигле Гуча в последний помещают бумажную массу (см. выше), по которой распределяют кристаллы (NH₄)₂[PtCl₆]

равномерным слоем, и смачивают этанолом. Толщина слоя кристаллов и бумажной массы должна быть около (10-13) мм. Тигель медленно нагревают до испарения спирта, а затем, постепенно повышая температуру, добиваются полного разложения гексахлороплатината(IV) аммония.

После разложения соли тигель охлаждают и слегка прижимают слой образовавшейся губчатой платины концом стеклянной палочки. Слой тщательно протирают палочкой, пока его поверхность не отполируется.

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

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

Вспомогательные материалы применяют в тех случаях, когда в последующих операциях нужен только фильтрат. Исключение составляют бумажная масса и активированный уголь, предварительно обработанный кислотами. Они при прокаливании осадка сгорают, почти не оставляя золы.

В точных аналитических работах и при получении особо чистых веществ вспомогательные материалы при фильтрации не применяют.

Перлит - стекловидная порода вулканического происхождения ("вулканическое стекло"), состоящая в основном из SiO_2 . Перед применением перлит прокаливают при 900 °С, при этом из него выделяются газы и вода, он увеличивается в объеме примерно в 20 раз, образуя неправильные зерна белого цвета, включающие большое число полых ячеек. Поэтому его пористость достигает 85-90%. После прокаливания перлит обрабатывают при нагревании

хлороводородной кислотой, разбавленной водой в отношении 1:5. Применяют перлит для фильтрования только кислых или нейтральных суспензий.

Диатомит (кизельгур, трепел, инфузорная земля) - светло-желтая мягкая горная порода, образованная из силикатных панцирей отмерших водорослей-инфузорий или диатомей, отложившихся когда-то в морских и пресных водах. Лучшие сорта диатомита состоят на 94% из SiO_2 и имеют пористость, достигающую 93%.

Перед использованием диатомит просеивают и крупные частицы обжигают. Диатомит слабо взаимодействует с сильными кислотами, но неустойчив в водных растворах щелочей. В процессе фильтрования он может загрязнять фильтрат коллоидной глиной и некоторыми солями.

Мембраны - пленки или пластины полимерной природы, состоящие из органических или неорганических соединений, иногда нанесенные на керамику и мелкопористое стекло. Мембраны применяют для разделения жидких смесей электролитов и неэлектролитов методами ультрафильтрации, диализа, электродиализа или обратного осмоса. Мембраны позволяют отделить высокомолекулярные вещества с размерами частиц от 10^{-3} до 0,1 мкм от низкомолекулярных и электролитов, размер частиц которых меньше 10^{-3} мкм. В лабораториях мембраны готовят из нитро- и ацетатцеллюлозы, желатины и полимерных материалов на различной основе.

Нитроцеллюлоза (нитроклетчатка, пироксилин, целлоидин) - полимер состава $[\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_2(\text{OH})_{3-x}(\text{ONO}_2)_x]_n$.

Коллодий - это 4%-й раствор нитроцеллюлозы в смеси этанола и этилового эфира. Одной из лучших мембран являются мембраны из ацетата Целлюлозы, предложенные Лозбом и Сурираяном. Ацетат целлюлозы - сложный эфир целлюлозы и уксусной кислоты с формульной единицей $[\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_2(\text{OH})_{3-x}(\text{OCOCH}_3)_x]_n$. Он представляет собой серый порошок, нерастворимый в воде, спиртах, бензоле и бензине.

Чтобы получить нитроцеллюлозную мембрану, на стеклянную пластинку кладут влажную фильтровальную бумагу и заливают раствором коллодия. Избыток коллодия сливают, а пленке дают высохнуть, после чего наливают новую порцию коллодия, избыток которой также сливают. Когда второй слой несколько подсохнет, но еще будет пахнуть спиртом и эфиром, фильтр погружают в воду, чтобы пленка отделилась от фильтровальной бумаги.

Можно отливать мембрану прямо на стекле. Для этого на стеклянную пластинку толщиной 5-7 мм кладут другую пластинку такой же толщины, но с овальным отверстием. Пластинки устанавливают строго в горизонтальной плоскости по уровню. Через овальное отверстие наливают коллодий, который растекается между пластинками равномерным тонким слоем. После испарения растворителя пластинки погружают в воду для отделения пленки. Пленку хранят в чашках Коха (см. рис. 61) под водой или в 30%-м этаноле.

Для увеличения размеров пор и скорости фильтрования к коллодию добавляют 100%-ю CH_3COOH до получения 0,5%-го раствора.

Нитроцеллюлозные фильтры с блестящей гладкой поверхностью и порами размером 0,10 – 0,25 мкм получают, нанося на фильтровальную бумагу раствор, содержащий 5% нитроцеллюлозы, 3% диэтилового эфира и 2% изоамилового спирта в 98-100%-й CH_3COOH .

Увеличения размера пор до 0,30 – 0,32 мкм достигают применением раствора состава: 75% CH_3COOH , 5% нитроцеллюлозы, 15% этанола, 4% диэтилового эфира и 1% K_2CO_3 .

Нитроцеллюлозные фильтры устойчивы к действию разбавленных кислот и водных растворов щелочей, бензола, толуола, хлороформа, дисульфида углерода и тетрахлорида углерода. Ди-этиловый эфир, ацетон, уксусная кислота, этилацетат разрушают нитроцеллюлозные мембраны.

Чтобы изготовить ацетатцеллюлозную мембрану, порошок ацетата растворяют (22%) в смеси, содержащей 66,7% ацетона, 10% воды и 1,1% $MgClO_4$ (для порообразования). Полученный раствор выливают на гладкую охлаждаемую стеклянную пластинку при температуре от $-5\text{ }^{\circ}C$ до $-10\text{ }^{\circ}C$ и дают возможность растворителю испаряться при этой температуре. После испарения стеклянную пластинку с пленкой погружают в ледяную воду на 1 час для вымывания $Mg(ClO_4)_2$ и гелеобразования, при этом пленка отслаивается от стекла и затвердевает. Для улучшения механической прочности пленки и уменьшения размеров пор ее на 5 минут помешают в нагретую до $65 - 85\text{ }^{\circ}C$ воду.

Мелкопористую пленку можно получить, выливая на гладкое чистое стекло при комнатной температуре раствор ацетата целлюлозы (25%) в смеси диметилформамида (30%) и ацетона (45%). После испарения растворителя стекло с пленкой погружают в воду или еще лучше в изопропанол для формирования структуры мембраны. Полученная тем или иным способом ацетатцеллюлозная мембрана устойчива в спиртах до $70\text{ }^{\circ}C$, разбавленных водных растворах кислот, но разрушается в 0,1 М растворах КОН и NaOH уже при обычных температурах.

Для приготовления мембран на основе желатины фильтровальную бумагу погружают на 10-15 мин в 5-10%-й водный раствор желатины, нагретый до $40\text{ }^{\circ}C$. Вынутую из раствора бумагу некоторое время оставляют на воздухе, а затем еще влажной погружают в охлаждаемый льдом 4%-й раствор формальдегида на 30 – 45 минут. Пропитанную таким образом бумагу промывают в течение суток чистой проточной водой и хранят до применения в чашках Коха под водой, содержащей 3-4 капли хлороформа. Во избежание появления плесени вместо хлороформа на дно чашки Коха кладут медную пластинку или свернутую в круг медную проволоку.

Полиамидные мембраны готовят из раствора ϵ -капролактама (найлон-6) в HCOOH, содержащей о-хлорфенол. Раствор выливают на нагретое до 80-90 °С стекло и дают в течение 3 – 4 минут испариться растворителю, а затем пленку обрабатывают водяным паром. Такие мембраны устойчивы до 120 °С, не разрушаются в средах с pH = 2 – 12, но очень чувствительны к действию окислителей.

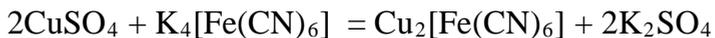
Предложены растворимые мембраны из альгината алюминия для последующего использования собранного на них твердого остатка. Альгинат алюминия - соль альгиновой кислоты - полисахарида, линейные цепи которого состоят из фрагментов $[-OC_5H_5O(COOH)(OH)_2O-]_n$.

Для получения такой мембраны фильтровальную бумагу пропитывают 1 М водным раствором $AlCl_3$, а затем ее обливают 1%-м водным раствором альгината натрия и тщательно разглаживают полученную массу алюминиевым бруском для того, чтобы слой стал тонким и равномерным. Примерно через 30 мин фильтр с желеобразной пленкой помещают в чистую воду для хранения и отмывки хлорида натрия.

После фильтрации мембрану отделяют от бумажной основы и вместе с осадком помещают в 3,8%-й водный раствор цитрата натрия. В течение 1-2 мин мембрана полностью растворяется, оставляя в растворе собранный на ней твердый остаток.

В 1877 г. Пфеффер получил первую неорганическую мембрану. Он залил в стакан из необожженной глины водный раствор $CuSO_4$ и затем погрузил этот стакан в сосуд с водным раствором $K_4[Fe(CN)_6]$.

В порах глины в результате химической реакции:



образуется тонкая пленка гексацианоферрата(II) меди. Вместо сульфата меди можно использовать сульфаты никеля, кадмия и других элементов.

Неорганическую мембрану можно получить также путем продавливания суспензии ZrO_2 в воде (30-60%) через пористую керамику до образования слоя из оксида циркония массой $0,005 - 0,05 \text{ г/см}^2$. Полученный слой вместе с подложкой высушивают при $20 - 25 \text{ }^\circ\text{C}$ и прокаливают при $900 - 1400 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение $1 - 5$ часов. Пористость такой мембраны составляет около $65 \text{ л/(м}^2\cdot\text{ч)}$ при давлении 6 МПа .

Вместо суспензии ZrO_2 используют водные суспензии гидроксидов железа или хрома. Проницаемость слоя, состоящего из частичек $FeO(OH)$, составляет $88 \text{ дм}^3/(\text{м}^2\cdot\text{ч})$ при давлении 6 МПа .

Учебное издание

Трубачева Лариса Викторовна
Черепанов Игорь Сергеевич
Трубачев Алексей Владиславович
Лоханина Светлана Юрьевна
Корепанова Елена Михайловна

**ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА
И ОБОРУДОВАНИЕ
В ХИМИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЯХ**

Учебно-методическое пособие

Авторская редакция

Подписано в печать, Формат 60x84 1/8

Печать офсетная. Усл.печ.л. ? Уч.-изд. л. ?

Тираж ? экз. Заказ № ?

Издательский центр «Удмуртский университет»
426034, Ижевск, Университетская, д.1, корп. 4, каб.207
Тел./факс: + 7 (3412) 500-295 E-mail: editorial@udsu.ru

<https://e.mail.ru/cgi-bin/getattach?id=15433216570000000325%3B0%3B2&x-email=swetlei%40mail.ru¬ype=1&file=ISBN-UdGU-0657.eps&mode=attachment>